



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

**TUGAS AKHIR - TL 184834**

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI  
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE  
(CTAB) TERHADAP DISOLUSI RATA-RATA  
PIROXICAM PADA NANOPARTIKEL SILIKA  
MESOPORI MCM-41**

**HELMI SON HAJI**  
NRP. 02511540000100

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 2019





**TUGAS AKHIR - TL 184834**

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI  
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE  
(CTAB) TERHADAP DISOLUSI RATA-RATA  
PIROXICAM PADA NANOPARTIKEL SILIKA  
MESOPORI MCM-41**

**HELMI SON HAJI  
NRP 02511540000100**

**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  
Surabaya 2019**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**FINAL PROJECT - TL 184834**

**THE ANALYSIS OF THE EFFECT  
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE  
(CTAB) ADDITION TO THE DISSOLUTION RATE  
OF PIROXICAM AT MESOPOROUS SILICA  
NANOPARTICLE MCM-41**

**HELMI SON HAJI  
NRP 02511540000100**

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

**MATERIALS ENGINEERING DEPARTEMENT  
Faculty of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute of Technology  
Surabaya 2019**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI  
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE (CTAB)  
TERHADAP DISOLUSI RATA-RATA PIROXICAM PADA  
NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI MCM-41**

**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 :  
**HELMY SON HAJI**  
NRP 02511540000100

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D ..... (Pembimbing I)
2. Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T ..... (Pembimbing II)



**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI  
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE (CTAB)  
TERHADAP DISOLUSI RATA-RATA PIROXICAM PADA  
NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI MCM-41**

**Nama Mahasiswa** : Helmi Son Haji  
**NRP** : 02511540000100  
**Departemen** : Teknik Material  
**Dosen pembimbing** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D  
**Co-pembimbing** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T

**Abstrak**

*Sekam padi merupakan limbah pertanian yang dapat diekstraksi menghasilkan silika. Silika dari sekam padi dapat digunakan sebagai bahan sintesis silika mesopori. Silika mesopori dimanfaatkan sebagai material pengantar obat yang dapat meningkatkan disolusi piroxicam. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa kemampuan silika mesopori dalam meningkatkan disolusi piroxicam. Penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap yaitu sintesis silika, sintesis silika mesopori dan proses enkapsulasi piroxicam ke dalam silika mesopori. Konsentrasi CTAB divariasikan pada 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75% dan 2%. Hasil BET menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi CTAB berbanding lurus dengan peningkatan disolusi piroxicam. Berdasarkan uji TGA-DSC kapasitas enkapsulasi dengan nilai paling tinggi adalah silika 1.5%CTAB yang mampu mengadsorbsi piroxicam sebanyak 44.66%. Berdasarkan uji spektrofotometri uv-vis didapatkan kemampuan disolusi terbaik pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, 60 sebesar 11.04 mg/l, 9.62 mg/l, 9.62 mg/l , 12.0 mg/l, dan 13.20 mg/l dan 13.6 mg/l.*

**Kata kunci:** *Sekam padi, silika mesopori, CTAB, piroxicam*



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**THE ANALYSIS OF THE EFFECT CETYLTRIMETHYL  
AMMONIUM BROMIDE (CTAB) ADDITION TO THE  
DISOLUTION RATE OF PIROXICAM AT MESOPOROUS  
SILICA NANOPARTICLE MCM-41**

**Student Name** : Helmi Son Haji  
**NRP** : 02511540000100  
**Department** : Material Engineering  
**Advisor Lecturer** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D  
**Co-advisor** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

**Abstract**

*Rice husk is an agricultural waste that can be extracted to produce high purity silica. Silica from rice husk can be used as a material for synthesis of mesoporous silica. Mesoporous silica can be used as a drug delivery material that can increase the dissolution rate of piroxicam. This study aims to analyze the ability of mesoporous silica in increasing the dissolution rate of piroxicam. This study was divided into 3 stages, silica synthesis, mesoporous silica synthesis and the encapsulation process of piroxicam into mesoporous silica. The CTAB Concentration is divided into 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75% and 2%. Based on the results of BET, The addition of CTAB concentration is directly proportional to the increase in dissolution of piroxicam. Based on TGA-DSC silica 1.5%CTAB has highest encapsulation capacity which can adsorb piroxicam as much as 44.66%. It has dissolution ability at 5, 10, 15, 30, 45, 60 minutes of 11.04 mg / l, 9.62 mg / l, 9.62 mg / l, 12.0 mg / l, 13.20 mg / l and 13.6 mg / l.*

**Keywords:** *Rice Husk, mesoporous silica, CTAB, piroxicam*

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis sampaikan kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul **“ANALISA PENGARUH KONSENTRASI CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE (CTAB) TERHADAP DISOLUSI RATA-RATA PIROXICAM PADA NANOPARTIKEL SILIKA MESOPORI MCM-41**. Laporan ini disusun dan diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan studi di Jurusan Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Allah SWT yang telah memberi rahmat dan kasih sayangnya dalam proses mengerjakan tugas akhir hingga penyusunan laporan.
2. Bapak Turmudi dan Ibu Napisatin. Sebagai orang tua penulis yang selalu memberikan kasih sayang, motivasi, doa dan membimbing penulis.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material.
4. Ibu Vania Mitha Pratiwi, ST, MT selaku dosen wali dan pembimbing II yang telah membimbing, memberi saran dan arahan serta nasihat selama perkuliahan di Departemen Teknik Material.
5. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D selaku pembimbing I tugas akhir yang telah membimbing, memberi saran dan arahan serta nasihat dalam pelaksanaan tugas akhir dan penyusunan laporan tugas akhir ini.
6. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. selaku pembimbing utama yang membimbing saya dengan sabar selama mengerjakan tugas akhir.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih mempunyai banyak kekurangan yang tidak penulis sadari. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun dari pembaca sangat kami harapkan agar karya berikutnya dapat lebih baik. Harapan penulis

semoga laporan tugas akhir ini dapat bermanfaat dan dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya.

Surabaya, 2019  
Penulis

Helmi Son Haji  
02511540000100

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>vii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>ix</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xix</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Silika .....	5
2.2 Sekam Padi ( <i>Rice Husk</i> (RH)).....	7
2.3 Abu Sekam Padi ( <i>Rice Husk Ash</i> (RHA)).....	8
2.4 Silika dari RHA.....	10
2.5 Nanopartikel Silika Mesopori .....	12
2.5.1 Morfologi Nanopartikel Silika Mesopori.....	17
2.5.2 Aplikasi Nanopartikel Silika Mesopori.....	18
2.5.3 Sitotoksitas Nanopartikel Silika Mesopori .....	20
2.6 Sistem Pengiriman Obat ( <i>Drug Delivery System</i> (DDS)) ..	21
2.6.1 <i>Piroxicam</i> .....	22
2.6.2 Teknik Enkapsulasi Obat .....	23
2.6.3 Laju Disolusi Obat .....	24
2.6.4 Sistem Pengiriman Obat Saat Ini .....	25
2.7 Penelitian Terdahulu ( <i>State of The Art</i> ).....	26
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.2 Bahan Penelitian.....	38
3.3 Alat Penelitian .....	38
3.4 Prosedur Penelitian.....	43

3.4.1 Persiapan Bahan.....	43
3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi .....	43
3.4.3 Sintesis <i>Mesoporous Silica Nanoparticles</i> (MSNs) .....	44
3.4.4 Proses Enkapsulasi <i>Piroxicam</i> .....	44
3.4.6 Uji <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	45
3.4.7 Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	46
3.4.8 Uji <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	47
3.4.9 Uji <i>Spektrofotometri UV-Vis</i> .....	52
3.4.9 Uji TGA-DSC .....	52
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Hasil Uji <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	57
4.2 Hasil Uji <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	63
4.6 Hasil Uji <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	73
4.5 Hasil Uji <i>Nitrogen Adsorption-Desorption Isotherm</i> .....	76
4.4 Hasil Uji Termogravimetri .....	83
4.3 Hasil Uji <i>Spektrofotometri UV-Vis</i> .....	87
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan.....	93
5.2 Saran.....	83
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>95</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>103</b>
<b>UCAPAN TERIMA KASIH</b> .....	<b>123</b>
<b>BIOGRAFI PENULIS</b> .....	<b>125</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Permukaan Dalam, (a) Permukaan Luar, (b) Sisi Sampling, (c) <i>Interlayer</i> RHA .....	10
<b>Gambar 2. 2</b>	Proses Sintesis SBA-15 dengan Teknik LCTA.....	16
<b>Gambar 2. 3</b>	Struktur Material Mesopori Kelompok M41S (a) MCM-41, (b) MCM-48, (c) MCM-50. ....	17
<b>Gambar 2. 4</b>	Gambar Bentuk Heksagonal Susunan Pori (a) CTAB 1%, (a) CTAB 1.25% . ....	26
<b>Gambar 2. 5</b>	Pola XRD dari (a) MCM-41, (b) <i>Piroxicam</i> Kristalin, (c) MCM 41 dan <i>Piroxicam</i> yang Dicampur Secara Mekanik, (d) MCM-41- <i>Piroxicam</i> , (e) MCM-41- <i>Piroxicam</i> Setelah 30 Hari Penyimpanan pada Temperatur 40°C, (F) MCM-41- <i>Piroxicam</i> Setelah 30 Hari Penyimpanan pada Temperatur 40°C dan Tingkat Kelembapan Rata – Rata 75% .....	29
<b>Gambar 2. 6</b>	Kurva <i>Adsorbs-Disorbsi Isotherm Nitrogen</i> pada MCM-41 dan MCM-41- <i>Piroxicam</i> .....	30
<b>Gambar 3. 1</b>	Diagram Alir Proses Ekstraksi Silika.....	34
<b>Gambar 3. 2</b>	Diagram Alir Proses Sintesis <i>Mesoporous Silica Nanoparticles</i> (MSNs).....	36
<b>Gambar 3. 3</b>	Diagram Alir Proses Enkapsulasi <i>Piroxicam</i> ke Dalam Silika Mesopori .....	37
<b>Gambar 3. 4</b>	Timbangan Digital .....	38
<b>Gambar 3. 5</b>	<i>Crucible Furnace</i> .....	39
<b>Gambar 3. 6</b>	<i>Muffle furnace</i> .....	39
<b>Gambar 3. 7</b>	Gelas Ukur .....	40
<b>Gambar 3. 8</b>	<i>Erlenmeyer</i> .....	40
<b>Gambar 3. 9</b>	<i>Autoclave</i> .....	41
<b>Gambar 3. 10</b>	<i>Hot Plate and Magnetic Stirrer</i> .....	41
<b>Gambar 3. 11</b>	<i>Gelas Beaker</i> .....	42



<b>Gambar 3. 12</b>	Alat uji XRD PANalytical .....	45
<b>Gambar 3. 13</b>	Alat uji SEM-EDX FEI Tipe <i>Inspect</i> S-50 .....	46
<b>Gambar 3. 14</b>	Skema Alat Uji SEM.....	47
<b>Gambar 3. 15</b>	Alat Uji FTIR.....	48
<b>Gambar 3. 16</b>	Skema Alat Uji FTIR .....	49
<b>Gambar 3. 17</b>	Alat Uji SAA (Fisisorpsi) .....	50
<b>Gambar 3. 18</b>	Enam Tipe Kurva Isoterm Adsorpsi Sesuai dengan IUPAC .....	51
<b>Gambar 3. 19</b>	Alat uji UV-Vis.....	52
<b>Gambar 3. 20</b>	Alat DSC (a) Set-up DSC Tanpa Referen, (b) Grafik pada <i>Set-up</i> Tanpa Referen, (c) <i>Set-up</i> DSC dengan Referen, dan (d) Grafik pada <i>Set-up</i> DSC .....	54
<b>Gambar 3. 21</b>	STA PT1000 TG-DSC ( <i>STA Simultaneous Thermal Analysis</i> ) <i>Linseis Messgeräte GmbH</i> ..	55
<b>Gambar 4. 1</b>	Difraktogram XRD (a) Sekam Padi, (b) Sekam Padi dengan Perlakuan <i>Leaching</i> HNO <sub>3</sub> , (c) RHA, dan (d) Silika Hasil Ekstraksi.....	57
<b>Gambar 4. 2</b>	Difraktogram XRD Silika (a) 1%CTAB, (b) 1,25% CTAB, (c) 1,5 % CTAB, (d) 1,75% CTAB, (e) 2% CTAB .....	60
<b>Gambar 4. 3</b>	Difraktogram XRD (a) <i>Piroxicam</i> , Silika (b) 1% CTAB, (c) 1,25% CTAB, (d) 1,5 % CTAB, (e) 1,75% CTAB, (f) 2% CTAB .....	62
<b>Gambar 4. 4</b>	Spektra Hasil Uji FTIR (a) Sekam Padi, (b) Sekam Padi dengan Perlakuan <i>Leaching</i> HNO <sub>3</sub> (c) RHA, dan (d) Silika Hasil Ekstraksi....	64
<b>Gambar 4. 5</b>	Spektrum FTIR (a) Silika Ekstraksi, (b) CTAB, (c) Silika CTAB 2% .....	68
<b>Gambar 4. 6</b>	Spektrum FTIR (a) Silika 2% CTAB, (b) <i>Piroxicam</i> , (c) Silika 2% CTAB/PX .....	71

<b>Gambar 4. 7</b>	Hasil Uji SEM (a) <i>Piroxicam</i> , Silika (b) 1%CTAB, (c) 1,25%CTAB, (d) 1,5% CTAB, (e) 1,75%CTAB, (f) 2%CTAB .....	74
<b>Gambar 4. 8</b>	Hasil Uji SEM (a)1%CTAB/PX, (b) 1,25%CTAB/PX, (c) 1,5%CTAB/PX, (d) 1,75%CTAB/PX, (e) 2%CTAB/PX.....	75
<b>Gambar 4. 9</b>	Grafik Pengaruh CTAB terhadap Luas Permukaan Silika dengan Penambahan <i>Piroxicam</i> . ....	79
<b>Gambar 4. 10</b>	Grafik Pengaruh CTAB terhadap Diameter Pori Silika Penambahan <i>Piroxicam</i> .....	79
<b>Gambar 4. 11</b>	Grafik Pengaruh CTAB terhadap Volume Pori Silika dengan Penambahan <i>Piroxicam</i> . ....	80
<b>Gambar 4. 12</b>	Kurva <i>Nitrogen Adsorbition-Desorbition Isotherms</i> Silika dengan Penambahan (a) 1,75%CTAB, (b) 1,75%CTAB/PX.....	82
<b>Gambar 4. 13</b>	Kurva Persebaran Ukuran Pori Silika dengan Penambahan (a) 1,75%CTAB, (b) 1,75%CTAB/PX .....	82
<b>Gambar 4. 14</b>	Kurva Hasil Pengujian Termogravimetri (a). MCM-41 CTAB 1%/PX, (b) MCM-41 CTAB 1,25%/PX, (c) MCM-41 CTAB 1,50%/PX, (d) MCM-41 CTAB 1,75%/PX, (e) MCM-41CTAB 2%/PX .....	84
<b>Gambar 4. 15</b>	Panjang Gelombang Maksimum <i>Piroxicam</i> Hasil Uji Uv-Vis.....	89
<b>Gambar 4. 16</b>	Kurva Baku <i>Piroxicam</i> .....	89
<b>Gambar 4. 17</b>	Kurva Disolusi <i>Piroxicam</i> .....	92

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2. 1</b>	Jenis, Diameter dan Struktur Pori Nanopartikel Silika Mesopori.....	13
<b>Tabel 2. 2</b>	Material Mesopori pada Sistem Pengiriman Obat....	19
<b>Tabel 2. 3</b>	Nilai Absorbansi Larutan <i>Piroxicam</i> pada Berbagai Kadar.....	23
<b>Tabel 2. 4</b>	Data Hasil Uji BET Silika dengan Penambahan CTAB.....	27
<b>Tabel 4. 1</b>	Gugus Fungsi Sekam Padi, <i>Leaching</i> RHA, dan Silika Ekstraksi.....	66
<b>Tabel 4. 2</b>	Gugus Fungsi Silika 2%CTAB dan CTAB .....	69
<b>Tabel 4. 3</b>	Gugus Fungsi Silika 2%CTAB/PX dan <i>Piroxicam</i> Murni. ....	72
<b>Tabel 4. 4</b>	Luas Permukaan, Ukuran Diameter Pori dan Total Volume Pori. ....	78
<b>Tabel 4. 5</b>	Silika Mesopori dengan Kapasitas Enkapsulasi <i>Piroxicam</i> .....	87
<b>Tabel 4. 6</b>	Nilai Absorbansi Larutan <i>Piroxicam</i> .....	90
<b>Tabel 4. 7</b>	Konsentrasi Larutan <i>Piroxicam</i> .....	91

*(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 padi adalah beras yang digunakan sebagai makanan pokok, sedangkan sekam padi merupakan produk sampingan penggilingan padi (Hindrayawati, 2010). Sekam padi merupakan limbah pertanian yang melimpah, untuk setiap 50 juta ton padi yang diproduksi, dihasilkan 13 juta ton sekam padi (Purwaningsih, 2009). Pemanfaatan sekam padi masih sangat terbatas, bahkan menjadi limbah dan mencemari lingkungan terutama di sentra produksi padi saat panen musim penghujan. Potensi yang dapat dikembangkan dari sekam padi adalah silika yang terkandung didalamnya (Nuyah dan Susilowati, 2015).

Kandungan utama dari sekam padi adalah material organik seperti hemiselulosa, selulosa dan lignin yang jumlahnya mencapai 70-90% (Tribe, 1974) dan apabila dilakukan pembakaran menghasilkan abu sebesar 16-25% (Sriyanti dkk, 2004). Kandungan abu sekam padi pada pembakaran yang dikontrol adalah 87-97% silika dan selebihnya adalah unsur *impurities* yaitu unsur alkali, alkali tanah dan unsur logam (Purwaningsih, 2009). Logam *impurities* seperti besi (Fe), mangan (Mn), Kalsium (Ca), Natrium (Na), Kalium (K), dan Magnesium (Mg) yang memengaruhi kemurnian dan warna silika sekam padi dapat dihilangkan dengan proses *leaching* dengan asam klorida (HCl), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) atau asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) sebelum dilakukan proses pembakaran (Yalcin dkk, 2001). Sehingga dengan pencucian yang sesuai, abu sekam padi dapat mengandung silika lebih dari 99% (Muniandy dkk, 2014).

Silika dengan kemurnian tinggi mempunyai banyak kegunaan pada berbagai aplikasi teknologi seperti insulator thermal, *filler* komposit dan agen terapeitik (Sun dkk, 2001).

Pemanfaatan silika menjadi lebih luas lagi ketika ditemukannya nanopartikel silika mesopori (MSNs). Salah satu bentuk MSNs yang pertama adalah *Mobile Composition of Matter No. 41* (MCM-41), yang memiliki susunan mesopori hexagonal 2D, yang dapat diterapkan sebagai perangkat pengiriman obat, dengan kelebihan dapat memperbaiki efisiensi dan efektivitas pengiriman obat ke tubuh (Tang dkk, 2012). Pada sintesis MSNs bahan utama yang digunakan sebagai sumber silika adalah tetraetil orthosilikat TEOS, dengan penambahan konsentrasi TEOS mampu menghasilkan silika mesopori dengan luas permukaan tinggi dan ukuran partikel yang terkontrol (Jambhunkar dkk, 2013). Tetapi TEOS bukan sumber silika termurah karena diperlukan biaya produksi yang tinggi, mudah terbakar, serta memerlukan penanganan dan penyimpanan yang sulit. Karena itu, dengan menggunakan silika mesopori hasil ekstraksi sekam padi dapat menurunkan biaya produksi, meningkatkan nilai jual dari sekam padi, serta memperbaiki efisiensi dan efektifitas pengiriman obat.

Pada penelitian terdahulu yang dilaporkan oleh Ervianto dkk, (2018) telah dilakukan sintesis dan karakterisasi silika mesopori menggunakan template *Cetyltrimethyl Ammonium Bromide* (CTAB). Hasil BET menunjukkan luas permukaan paling tinggi pada sampel dengan penambahan 2% CTAB yang memiliki luas 1291.436 m<sup>2</sup>/g, dengan ukuran diameter porinya adalah 4.95764 nm dan volume total porinya yaitu 1.601 cc/g. Hal ini menunjukkan penggunaan konsentrasi CTAB 2% mampu menghasilkan mesopori silika dengan luas permukaan yang tinggi dan volume total pori yang besar. Penelitian tersebut masih membahas tentang pembentukan silika mesopori dari sekam padi namun karakteristik *drug loading* dari silika mesopori masih belum diteliti. Ambrogi dkk (2007) telah melakukan penelitian nanopartikel silika mesopori MCM-41 dari Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> pro Analys untuk meningkatkan disolusi rata - rata peroksikam. Hasil UV Spektrometri menunjukkan peningkatan rata-rata disolusi obat secara drastis terjadi pada semua media percobaan, khususnya media asam dengan pH 1.2. Pada penelitian tersebut nanopartikel

silika mesopori yang digunakan sebagai bahan utama bukan silika sintesis dari abu sekam padi.

Sehingga pada penelitian ini, dipelajari disolusi piroksikam dengan mengenkapsulasikannya ke dalam silika mesopori MCM-41 menggunakan prekursor nanopartikel silika mesopori hasil ekstraksi dari sekam padi dengan surfaktan *Cetyltrimethyl Ammonium Bromide* (CTAB). Variabel penelitian ini adalah konsentrasi CTAB sebagai *template* untuk memperoleh silika mesopori yang memenuhi standar penggunaan *drug delivery* material.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang diatas, dapat diambil beberapa rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh penambahan konsentrasi CTAB pada sintesis nanopartikel silika mesopori terhadap tingkat disolusi *piroxicam*?
2. Bagaimana karakteristik nanopartikel silika mesopori MCM-41 hasil sintesis dari silika sekam padi yang terenkapsulasi *piroxicam*?

## 1.3 Batasan Masalah

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

1. Kualitas sekam padi dianggap sama.
2. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh.
3. Fluktuasi panas dalam *furnace* dianggap konstan.
4. Temperatur ruang dianggap konstan 27°C.
5. Tekanan dan kelembapan dianggap tetap.

## 1.4 Tujuan Penelitian

Dari rumusan masalah yang ada maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh penambahan konsentrasi CTAB pada sintesis silika mesopori terhadap tingkat disolusi *piroxicam*.



- 
2. Menganalisis karakteristik silika mesopori MCM-41 hasil sintesis dengan menggunakan silika ekstraksi sekam padi yang terenkapsulasi *piroxicam*.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang nano material yakni *drug delivery*, bio sensor, katalis, dan aplikasi lainnya.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Silika

Silika atau silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen, memiliki rumus kimia  $\text{SiO}_2$ . Rumus kimia  $\text{SiO}_2$  menunjukkan bahwa ada dua kali lebih banyak atom oksigen bersama silikon. Sudut ikatan di sekitar O-Si-O merupakan sudut tetrahedral yaitu sebesar  $109^\circ$  dan jarak antara atom Si-O sebesar  $1.61 \text{ \AA}$  ( $0.16 \text{ nm}$ ) (Soleh, 2014). Oksigen adalah unsur yang melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka silika merupakan bentuk molekul yang sangat umum ditemukan di alam. Silika banyak terdapat pada tumbuhan sebagai diatom dan pada hewan sebagai radiolarian. Silika yang terakumulasi di dalam makhluk hidup, baik hewan atau tumbuhan memiliki bentuk amorfus, berbeda dengan silika yang tidak berasal dari makhluk hidup seperti batuan dan debu yang memiliki struktur silika kristalin (Chandra dkk, 2012).

Silika merupakan salah satu unsur hara yang dibutuhkan oleh tanaman, terutama tanaman padi. Unsur Si (Silikon) dapat mendukung pertumbuhan padi yang sehat dan menghindarkannya dari serangan penyakit, radiasi matahari, serta keracunan unsur hara. Silika merupakan unsur kedua terbesar di kerak bumi yang sebagian besarnya terdapat di dalam tanah. Silika berada di dalam tanah berbentuk silika larut air ( $\text{H}_4\text{SiO}_4$ ). Silika dibutuhkan dalam jumlah banyak oleh tumbuhan sebagai salah satu unsur penting yang menunjang pertumbuhan tanaman. Tanaman menyerap silika, dipolimerisasi dan dipresipitasi menjadi bentuk silika amorfus. Beberapa karbohidrat dan protein tanaman diketahui memiliki peran dalam polimerisasi biosilika menjadi bentuk silika amorfus. Silika terakumulasi dalam bentuk *phytolite* yang merupakan bentuk primer dari silika amorfus ( $\text{SiO}_2$  dengan 5-15%  $\text{H}_2\text{O}$ ). Tanaman akumulator Si terutama berasal dari famili *gramineae* seperti padi, bambu, dan tebu serta tanaman tingkat rendah dari famili *chlorophyta* seperti alga. Selain berfungsi

untuk meningkatkan resistensi tanaman terhadap serangan hama dan penyakit, silika juga bermanfaat meningkatkan fotosintesis, meningkatkan daya tahan terhadap kekeringan, salinitas, alkalinitas, dan cuaca ekstrim (Husnain, 2010).

Silika ( $\text{SiO}_2$ ) adalah material dasar yang digunakan secara luas pada bidang elektronik, keramik, dan industri material polimer. Silika serbuk dengan kemurnian yang tinggi mempunyai banyak bidang pengaplikasian teknologi, seperti agen tiksotropik, insulator termal dan *filler* komposit (Liou, 2004). Pemanfaatan silika menjadi lebih luas lagi ketika ditemukannya nanopartikel silika mesopori (*Mesoporous Silica Nanoparticles* (MSNs)). Salah satu bentuk MSNs yang pertama adalah *Mobile Composition of Matter No. 41* (MCM-41), yang memiliki susunan mesopori hexagonal 2D, yang dapat diterapkan sebagai perangkat pengiriman obat, dengan kelebihan dapat memperbaiki efisiensi dan efektivitas pengiriman obat ke tubuh (Tang dkk, 2012).

Salah satu penelitian pembuatan silika amorfus dari sekam padi telah dilakukan oleh Harsono, dkk., (2002). Pembakaran sekam padi dilakukan di dalam tungku dengan pengontrolan suhu untuk mendapatkan silika yang reaktif. Pembuatan silika amorfus ini dilakukan dengan terlebih dahulu melalui proses pengeringan yang bertujuan untuk mengeliminasi kandungan air dalam bahan dengan menguapkan air dari permukaan bahan. Adanya kandungan air dalam sekam padi dapat menghalangi proses difusi komponen – komponen kimia yang terkandung dalam sekam padi saat dipanaskan, sehingga berpengaruh pada kemurnian sekam (Harsono, 2002).

Silika amorfus memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Baik silika kristalin maupun non kristalin banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batu-batuan, dan pasir. Kedua bentuk silika ini banyak dimanfaatkan dalam industri kaca, bangunan, dan elektronik. Akan tetapi karena silika kristalin bersifat karsinogenik bagi manusia maka penggunaannya sangat dibatasi. Oleh karena itu silika non kristalin lebih aman dan banyak digunakan dalam

industri. Silika amorfus biasanya terdapat dalam makhluk hidup seperti diatom, radiolarian, *silicoflagellata*, dan beberapa spons. Silika non kristalin atau amorfus memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorfus memiliki struktur *sferikal* yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas 3 m<sup>2</sup>/g (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorfus dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorfus disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C.. Silika amorfus dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksinya dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorfus dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorfus sintetik diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang.

Walaupun deposit dari silika amorfus alami dapat ditemukan di banyak area di dunia, akan tetapi eksploitasi komersial yang paling banyak digunakan untuk perindustrian adalah tanah diatom. Tanah diatom adalah sisa-sisa cangkang dari ganggang diatom yang telah mati dan hancur membentuk tanah. Tanah diatom dapat dimanfaatkan sebagai bahan peledak, campuran semen, bahan isolasi, dan lain-lain. Silika amorfus telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Tidak seperti silika kristalin, silika amorfus tidak menyebabkan silikosis bahkan bagi para pekerja yang telah terpapar lama oleh silika amorfus. Akan tetapi silika amorfus yang terhirup selama 12 hingga 18 bulan dengan kadar 6,9-9,9 mg/m<sup>3</sup> dapat menyebabkan gangguan pada alat pernapasan (Kirk-Othmer, 1984).

## **2.2 Sekam Padi (*Rice Husk* (RH))**

Sekam padi adalah bagian terluar yang melapisi bijih padi, yang dihasilkan dari proses penggilingan bijih padi. Sekam padi merupakan limbah pertanian negara penghasil beras. Sebagian

besar sekam padi biasanya hanya dibuang atau dibakar. Oleh karena itu sekam padi dapat menyebabkan kerusakan pada tanah dan polusi lingkungan. Berbagai upaya telah dilakukan untuk mengatasi permasalahan sekam padi diantaranya adalah memanfaatkannya sebagai bahan bakar alternatif, sebagai penghasil energi, untuk memproduksi karbon aktif, dan sebagai bahan dasar industri manufaktur pada industri bahan kimia yang membutuhkan silika atau senyawa silika sebagai bahan utama (Bakar, 2015). Silika dari sekam padi dapat diperoleh melalui metode pembakaran sekam padi menjadi abu putih. Proses pembakaran dengan biaya murah, hemat energi dengan waktu yang cepat merupakan keuntungan dalam memproduksi silika amorfus dari sekam padi (Nurfalah dkk, 2016).

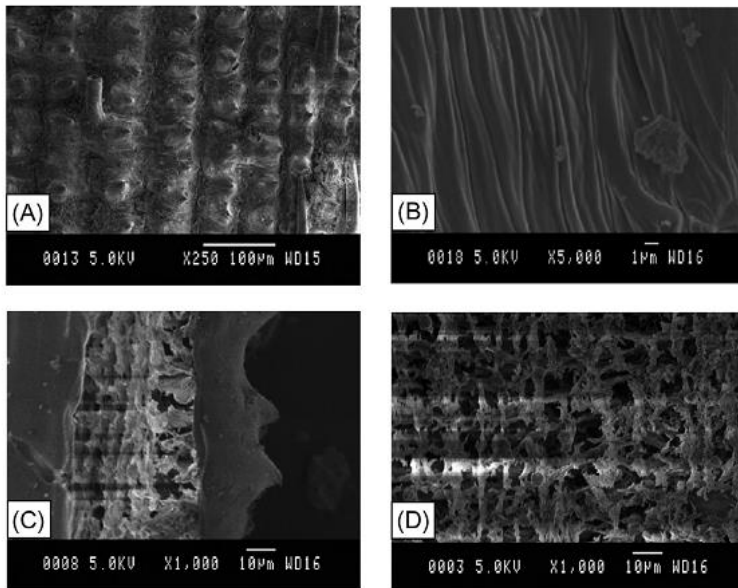
Sekam padi terdiri dari hemiselulosa 24,3%, selulosa 34,4%, lignin 19,2%, abu 18,85%, dan zat lain 3,25% . Sekam padi mengandung 80% zat organik dan 20% bahan anorganik. Komponen unsur utama sekam padi adalah C 37,05%., H 8,80%., N 11,06%., Si 9,01% dan O 35,03% (Joseph, dkk., 1999). Apabila dilakukan pembakaran menghasilkan abu sebesar 16-25% (Naryono dkk, 2004). Kandungan abu sekam padi pada pembakaran yang dikontrol adalah 87-97% silika dan selebihnya adalah unsur *impurities* yaitu unsur alkali, alkali tanah dan unsur logam (Purwaningsih, 2009). Logam *impurities* seperti besi (Fe), mangan (Mn), Kalsium (Ca), Natrium (Na), Kalium (K), dan Magnesium (Mg) yang memengaruhi kemurnian dan warna silika sekam padi dapat dihilangkan dengan proses *leaching* dengan asam klorida (HCl), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) atau asam nitrat ( $HNO_3$ ) sebelum dilakukan proses pembakaran (Yalcin dkk, 2001). Sehingga dengan pencucian yang sesuai, abu sekam padi dapat mengandung silika lebih dari 99% (Muniandy dkk, 2014).

### 2.3 Abu Sekam Padi (*Rice Husk Ash (RHA)*)

Abu sekam padi atau *Rice Husk Ash (RHA)* adalah sebutan umum untuk semua tipe abu yang dihasilkan dari pembakaran sekam padi (*Rice Husk (RH)*). RH yang dibakar dapat menghasilkan 17-20% RHA, yang bersifat ringan,

mempunyai jumlah pori yang banyak dengan massa jenis 180-200 kg/m<sup>3</sup>. Ada dua tipe RHA, yaitu RHA putih (*White Rice Husk Ash* (WRHA)) dan RHA yang berwarna hitam (*Black Rice Husk Ash* (BRHA)). Hal tersebut tergantung pada jenis pembakarannya yaitu terbakar secara sempurna atau terbakar secara tidak sempurna (Ugheoke dan Mamat, 2012). Pembakaran terkontrol dapat menghasilkan WRHA yang mengandung silika murni lebih dari 95% dalam sebuah bentuk hidrat amorfus dengan pori dan tingkat reaktifitas yang tinggi (Vlaev dkk, 2003). Pirolisis terkontrol pada RH menggunakan nitrogen atau gas inert menghasilkan BRHA yang mengandung jumlah karbon dan silika yang berbeda (Ghaly dan Mansaray, 1999).

Hasil uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari RHA yang dihasilkan dari pembakaran RH dengan oven elektrik pada temperatur 600°C selama 2 jam dapat dilihat pada Gambar 2.1. Setelah dilakukan pembakaran, bentuk asli RH berubah, akan tetapi ada bagian kecil RHA yang mengalami kerusakan struktur (Gambar a). Baik permukaan luar maupun permukaan dalam dari RHA memiliki struktur padat, hal ini menunjukkan bahwa permukaan luar dan dalam RHA ditutupi dengan membran padat tanpa mikropori (Gambar a dan b). Penampang RHA menunjukkan bahwa permukaan luar RHA lebih tebal dibandingkan dengan permukaan dalam, dan ada *interlayer* yang terdiri dari bentuk silang menyilang lapisan antara kedua permukaan (Gambar c). lapisan - lapisan kecil tersebut tersusun secara longgar dan mengandung banyak lubang. Gambar SEM dari *interlayer* RHA (Gambar d) memverifikasi struktur bentuk sarang lebah yang longgar. Banyak pori yang ukurannya berkisar antara beberapa nanometer hingga beberapa mikrometer yang terdistribusi dalam lapisan. Pori-pori ini berkontribusi pada luas permukaan spesifik yang besar dan reaktivitas RHA yang tinggi ketika digiling menjadi bubuk (Xu dkk, 2012).



**Gambar 2. 1** (a) Permukaan Dalam, (b) Permukaan Luar, (c) Sisi Samping, (d) Interlayer RHA (Xu dkk, 2012).

Dengan menggunakan SEM dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk menyelidiki struktur mikro RHA, Ouyang dan Chen (2003) menunjukkan model tiga lapis struktur mikro RHA. Ada dua jenis pori di RHA; satu adalah pori-pori berukuran mikro (sekitar  $10\mu\text{m}$ ), yang dibentuk oleh jalinan lembaran serat, yang tergantung pada struktur RH tetapi tidak tergantung pada kondisi pembakaran, dan yang lainnya adalah pori-pori berukuran nano ( $<50\text{nm}$ ), yang dibentuk oleh partikel nano  $\text{SiO}_2$  dan bergantung pada kondisi pembakaran.

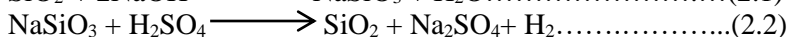
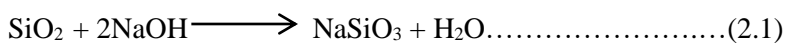
## 2.4 Silika dari RHA

Sebagai bahan baku yang penting, silika memiliki banyak kegunaan antara lain sebagai bahan campuran keramik, karet, plastik, mikroelektronika, makanan, farmasi, bahan struktural dan

adsorptif (Sun dan Gong, 2001). Secara tradisional, silika diproduksi dari pasir kuarsa atau batu kuarsa, yang dihasilkan dari proses pertambangan. Proses industri silika umumnya melibatkan reaksi antara natrium karbonat dan pasir kuarsa yang dilebur pada temperature 1300-1500 °C untuk menghasilkan natrium silikat, dan reaksi antara natrium silikat dan asam sulfat untuk mengendapkan silika. Untuk menghasilkan 1 ton silika, 0,51 ton asam sulfat dan 0,53 ton natrium karbonat diperlukan. Pada saat yang sama, 0,23 ton karbon dioksida, 0,74 ton natrium sulfat, dan 20 ton air limbah diproduksi (Soltani dkk, 2015). Oleh karena itu cara tradisional untuk memproduksi silika memerlukan konsumsi energi dan tingkat polusi yang tinggi, sehingga hal tersebut akan membatasi aplikasi komersial silika dengan skala besar dikarenakan teknologi yang digunakan tidak ramah lingkungan sedangkan tren teknologi kedepan adalah teknologi yang memerhatikan pada pemanfaatan sumber daya mineral dan pembangunan berkelanjutan.

RHA, yang merupakan produk sampingan dari pembakaran RH mengandung lebih dari 90% silika dalam bentuk amorfus. RHA dapat menjadi bahan baku yang lebih murah dan ekonomis untuk menyiapkan gel dan bubuk silika. Silika dari RHA merupakan silika organik yang ramah lingkungan dan terbarukan dibandingkan dengan silika dari pasir kuarsa, dan dapat diklaim sebagai biosilika. Silika dari RHA dapat diekstraksi menggunakan reaksi basa dan pengendapan silika oleh asam. Kelarutan silika amorfus sangat rendah pada pH 10 ke bawah, dan meningkat jika nilai pH di atas 10. Perilaku kelarutan yang unik ini membuat silika diekstraksi dalam bentuk gel silika murni dengan melarutkannya pada kondisi basa, kemudian mengendapkannya pada pH rendah.

Ekstraksi gel silika, dapat didasarkan pada Reaksi 2.1 dan 2.2 berikut :





---

Ketika silika amorfus yang terkandung dalam RHA dilarutkan dalam larutan basa, larutan silikat yang terbentuk memiliki kelarutan 876 mg /l dalam air pada temperatur 25 °C. Setelah natrium silikat diasamkan, larutan silika gel super jenuh diproduksi melalui proses polimerisasi, yang dibagi menjadi tiga fase, pertama fase polimerisasi monomer untuk membentuk partikel, kedua fase pertumbuhan partikel dan fase ketiga adalah fase penyatuan partikel dalam rantai bercabang yang meluas ke seluruh larutan (De Lima dkk, 2011).

## 2.5 Nanopartikel Silika Mesopori

Beberapa material silika amorfus disintesis dengan tujuan untuk dijadikan matrik pengiriman obat, termasuk nanopartikel silika mesopori, yang dikenal dengan karakteristik morfologinya yang dapat dikontrol pada skala nano dan mikro (Simovic dkk, 2011). Nanopartikel silika mesopori adalah struktur molekuler multifungsi yang dicirikan dengan susunan periodik ukuran mesopori yang seragam, didefinisikan oleh IUPAC, ukuran diameter porinya antara 2 sampai 6 nm, didalam silika amorfus dengan arah tertentu dengan rata – rata ukuran partikel 50 – 300 nm. (Kresge dan Roth, 2013).

Karakteristik, seperti luas permukaan spesifik, volume pori dan keseragamannya, menjadikan silika mesopori mempunyai kapasitas enkapsulasi obat yang tinggi, kemampuan kontrol pelepasan obat yang baik, yang didukung dengan distribusi matrik silika yang homogen. Nanopartikel silika mesopori dapat dijadikan sebagai material perancah pada banyak grup fungsional bergantung pada sifat fisikokimia dari silika mesopori (Yang dkk, 2012). Nanopartikel silika mesopori adalah material yang sangat mudah terdegradasi dibawah lingkungan fisik. Material tersebut memiliki kapasitas enkapsulasi pada agen terapeutik dan *imaging*, mempunyai efisiensi yang tinggi pada transportasi, internalisasi dan pengiriman intraseluler pada berbagai obat yang berbeda. Nanopartikel silika mesopori juga dapat difungsionalisasi permukaannya, untuk mekanisme pengiriman obat yang membutuhkan ligan tertentu, yang mana

---

dapat menghasilkan kemampuan untuk beradaptasi pada lingkungan kimia yang berbeda-beda (Tan dkk, 2013).

Nanopartikel silika mesopori ditemukan oleh kresge pada tahun 1992, semenjak saat itu, karena sifat dan potensi aplikasi dari silika mesopori yang sangat besar maka penelitian tentang silika mesopori menyebar sangat cepat (Tang dkk., 2012). Nanopartikel silika mesopori telah disintesis dengan merubah berbagai variabel penelitian, seperti pH, temperatur, template dan rasio molar. Nanopartikel silika mesopori yang ditemukan pertama kali adalah *Mobile Composition Matter No. 41* (MCM 41), yang memiliki susunan mesopori hexagonal 2D, dan *Santa Barbara Amorphous* (SBA 15), yang juga mempunyai struktur heksagonal 2D, tetapi mempunyai ukuran pori lebih lebar, range ukuran pori dan stabilitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan MCM-41 (Huriache, 2013).

**Tabel 2. 1** Jenis, Diameter dan Struktur Pori Nanopartikel Silika Mesopori (Wang dkk, 2012)

No.	Material Mesopori	Diameter pori (nm)	Tipe struktur pori
1.	MCM-41	2-5	Hexagonal 1 D Channel
2.	MCM-48	2-5	Bicontinuous 3D
3.	SBA-15	5-10	Hexagonal 1D Channel
4.	SBA-16	1-9	Body Center Arrangement of Cages
5.	SBA-1	2-4	Cubic 3D
6.	SBA-3	2-4	2D-Hexagonal
7.	MSU	2-5	2D-Hexagonal
8.	HMS	2-5	Hexagonal

Kedua tipe nanopartikel silika mesopori tersebut dapat diaplikasikan sebagai material pengirim obat. (Tang dkk, 2012). Sintesis dan aplikasi nanopartikel silika mesopori menjadi sangat menarik bagi peneliti, karena lebar ukuran pori dan tingginya luas permukaan. Stabilitas struktur mesopori dan sifat permukaan

yang dapat didefinisikan dengan jelas, Nanopartikel silika mesopori muncul sebagai material pembawa terbaik untuk enkapsulasi obat farmasi (Xu dkk, 2013). Jenis, diameter dan tipe struktur pori nanopartikel silika mesopori yang dipakai sebagai material pengirim obat dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Wang dkk, 2012). Adapun metode sintesis nanopartikel silika mesopori yang sering digunakan antara lain :

#### **A. Teknik Dengan Bantuan Gelombang Mikro**

Proses hidrotermal menggunakan gelombang mikro ditemukan pada tahun 1992 dan proses ini digunakan untuk sintesis oksida keramik, fase terhidroksilasi, bahan berpori dan serbuk logam.. Penggunaan gelombang mikro untuk sintesis bahan molekuler merupakan teknik yang relatif baru dalam bidang penelitian. Dengan menggunakan metode ini beberapa jenis zeolit dapat diproduksi (zeolit A, Y, MCM-41 dll.). Jika dibandingkan dengan proses konvensional, ada banyak keuntungan dari teknik menggunakan gelombang mikro misalnya pemanasan cepat untuk mencapai temperatur kristalisasi dan waktu kristalisasi yang lebih pendek dibandingkan dengan pemanasan konvensional menggunakan *autoclave* (Newalkar dkk, 2000).

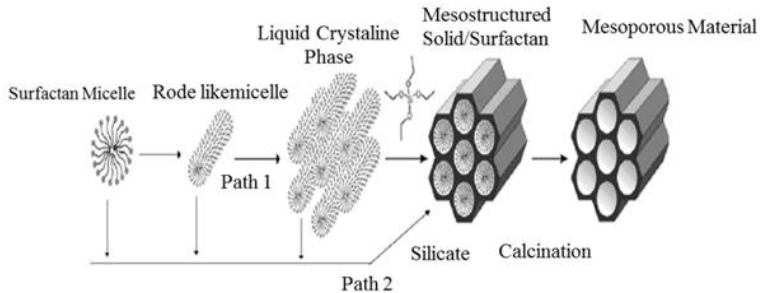
Pada teknik ini surfaktan dengan air diaduk pada temperature 40<sup>0</sup>C selama 4-6 jam. Kemudian campuran air, HCL, dan 1, 2-bis trietoksisisilil etana (sumber silika dengan gugus etana) ditambahkan dengan terus mengaduk larutan. Campuran yang dihasilkan dipindahkan ke wadah teflon, yang dipasang di oven *microwave* pada temperature 100<sup>0</sup>C. *Self-assembly* dari prekursor dengan blok kopolimer *organosilane* dan proses hidrotermal, dilakukan di bawah iradiasi gelombang mikro. Tahap pertama, campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2-24 jam pada temperatur 40<sup>0</sup>C. Setelah tahap pertama, sampel disimpan selama 8-48 jam pada temperatur 100<sup>0</sup>C dalam oven *microwave*. Setelah itu produk hasil reaksi disaring, dicuci

dengan air, lalu dikeringkan di oven pada temperatur 80°C (Sanchez dkk, 2013).

Teknik bantuan gelombang mikro telah diterima sebagai salah satu metode untuk menyintesis nanopartikel silika mesopori. Telah dilaporkan bahwa, dengan menggunakan *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) sebagai *template* dengan pemanasan *microwave*, material MCM-41 dengan karakteristik yang diinginkan dapat disintesis dalam waktu yang sangat singkat. Oleh karena itu, teknik menggunakan gelombang mikro adalah cara terbaik untuk menyintesis nanopartikel silika mesopori serta nonomaterial lainnya (Yao dkk, 2001).

## **B. Liquid Crystal Template Approach (LCTA)**

Dalam metode LCTA, molekul surfaktan digunakan sebagai *template* untuk menjadi pembentuk struktur silika mesopori, metode ini juga dinamakan sebagai metode *templating* material lunak. Pada tahun 1992, metode ini pertama kali diperkenalkan untuk mensintesis MCM-41 dan dua teori pembentukan yang berbeda diapaparkan sebagai konsep pembentukan struktur mesopori. Teori pertama, surfaktan membentuk struktur heksagonal sebelum prekursor silika ditambahkan. Setelah silika ditambahkan, silika membentuk kerangka silika mesopori, kemudian kerangka silika mesopori diendapkan di sekitar *template*, sehingga terbentuklah struktur mesopori. Setelah proses tersebut *template* dihilangkan dengan proses kalsinasi dan diperoleh struktur mesopori. Teori kedua adalah konsep dimana pembentukan silika mesopori terbentuk setelah penambahan silika, menghasilkan silika mesopori dengan struktur heksagonal. Setelah metode sintesis ini dipelajari lebih lanjut para peneliti menyimpulkan bahwa struktur mesopori terbentuk melalui teori yang kedua (Chen dkk, 1993). Adapun proses sintesis SBA-15 dengan teknik LCTA ditunjukkan pada Gambar 2.2.



**Gambar 2. 2** Proses Sintesis SBA-15 Dengan Teknik LCTA  
(Chen dkk, 1993)

### C. Metode Sol-gel

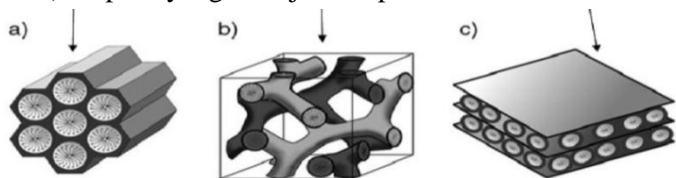
Metode sol-gel adalah teknik kimia basah yang sering digunakan dalam bidang ilmu material dan rekayasa keramik. Nama lain dari metode sol-gel adalah metode deposisi larutan kimia. Pada proses sol-gel, pertama-tama suspensi koloid yang disebut sebagai sol disiapkan untuk pertumbuhan jaringan anorganik dan kemudian proses gelasi sol dilakukan untuk membentuk jaringan dalam fase cair kontinu yang disebut sebagai gel. Prekursor yang digunakan untuk mensintesis koloid ini biasanya terdiri dari logam atau elemen metaloid yang dikelilingi oleh berbagai macam ligan reaktif. Bahan awal diproses untuk membentuk oksida yang dapat didispersikan dan membentuk sol yang bersentuhan dengan air atau asam encer. Penghapusan cairan dari sol menghasilkan gel; ukuran dan bentuk partikel dikendalikan oleh transisi sol / gel. Kalsinasi gel menghasilkan oksida. Reaksi yang terlibat dalam kimia sol-gel didasarkan pada hidrolisis yang diikuti oleh kondensasi alkoksida logam sesuai dengan oksida dan campuran oksida dengan stoikiometri yang berbeda (Liu dkk, 2007).

Saat ini metode sol-gel banyak digunakan untuk menyintesis material mesopori dengan morfologi yang berbeda. Untuk sintesis bahan mesopori dengan proses sol-gel, *template* yang berbeda dapat digunakan sebagai zat pengatur struktur

seperti surfaktan kation, triblock kopolimer dan molekul organik kecil (Niesz dkk, 2005).

### 2.5.1 Morfologi Nanopartikel Silika Mesopori

Nanopartikel silika mesopori memiliki bentuk pori silindris dengan ukuran diameter pori antara 2 sampai 30 nm sehingga menjadikannya mempunyai luas permukaan yang besar berkisar antara 700 sampai 1500 m<sup>2</sup>/g, selain itu nanopartikel silika mesopori juga mempunyai stabilitas kimia dan termal yang baik serta dapat difungsionalisasi dengan mudah, menjadikan material tersebut dapat dimanfaatkan sebagai material pengadsorpsi, katalis, dan aplikasi perangkat bioteknologi. MCM-41, MCM-48 dan MCM-50 adalah nanopartikel silika mesopori dari kelompok material M41S yang dikenal secara luas di dunia penelitian. Nanopartikel silika mesopori dari kelompok M41S memiliki metode sintesis dan aplikasi yang berbeda berdasarkan dasarkan pada kestabilan dan struktur mesopori masing-masing. Nanopartikel silika mesopori mempunyai struktur yang sangat teratur, luas permukaan spesifik yang besar, susunan heksagonal, dan saluran mesopori yang seragam. Khusus untuk MCM-41 dan MCM-48, ukuran pori dapat dikontrol dan banyak digunakan sebagai adsorben, katalis dan pengiriman obat. MCM-41 mempunyai struktur batang heksagonal, MCM-48 berbentuk kubik sedangkan MCM-50 mempunyai struktur pipih (Rahmat dkk, 2010). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



**Gambar 2.3** Struktur Material Mesopori Kelompok M41S (a) MCM-41, (b) MCM-48, (c) MCM-50 (Xu et al, 2013).

---

### 2.5.2 Aplikasi Nanopartikel Silika Mesopori

Sistem pengiriman obat (DDS) dapat diartikan sebagai sejenis sistem yang memungkinkan pelepasan agen bioaktif di lokasi tertentu pada waktu tertentu. Tujuan utama dari DDS adalah untuk mengurangi dosis obat dan memfasilitasi durasi efek obat yang lebih lama. Lebih lanjut, jenis terapi pengobatan ini memungkinkan penurunan frekuensi dosis, sebagai akibatnya, risiko efek samping berkurang (Wang dkk, 2012). Obat-obatan yang sulit larut dalam air memiliki banyak efek klinis yang tidak diinginkan, misalnya tingkat disolusi rata-rata obat yang terbatas, bioavailabilitas yang rendah, atau adsorpsi obat oleh tubuh yang lambat. Untuk mengatasi masalah ini, beberapa teknik telah dikembangkan dengan kelebihan dan kekurangan masing-masing (Bikiaris, 2011). Adsorpsi obat-obatan yang mempunyai tingkat kelarutan dalam air yang rendah dengan material pembawa yang mempunyai luas permukaan yang besar merupakan salah satu teknik yang terkenal saat ini, karena memungkinkan peningkatan tingkat disolusi obat (Xu et al, 2013).

Dengan perkembangan *nanomedicine*, era baru pada bidang farmasi telah dimulai. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa material mesopori dapat menjadi material pembawa yang inovatif untuk obat-obatan yang mempunyai tingkat kelarutan dalam air yang rendah hal ini disebabkan oleh struktur nano dengan karakteristik khusus pada material mesopori (Xu dkk, 2013). MCM-41, memiliki susunan heksagonal dari mesopori silindris dan menjadi salah satu bahan mesopori yang disintesis paling signifikan, serta merupakan material mesopori pertama yang digunakan sebagai matriks pengiriman obat. Setelah MCM-41, M41S dan kelompok lain dari material mesopori dengan ukuran pori yang lebih lebar, seperti SBA (SBA-15, SBA-16, SBA-1, SBA-3) HMS, dan MSU juga dipakai untuk sistem pengirim obat. Tabel 2.2 menunjukkan enkapsulasi obat pada beberapa material mesopori pada sistem pengiriman obat.

**Tabel 2. 2** Material Mesopori pada Sistem Pengiriman Obat  
(Xu dkk, 2013).

No.	Material	Luas BET (m <sup>2</sup> /g)	Diameter pori (nm)	Jenis Obat
1	MCM-41	1157	3,6	Ibuprofen
2	MCM-41	1210	2,7	Ibuprofen
3	MCM-41	1200	3,3	Ibuprofen
4	Si-MCM-41	1210	2,8	Captopril
5	AlSi-MCM-41	1124	4,3	Naproxen
6	Si-SBA-15	787	6,1	Gentamicin
7	Si-SBA-15	787	8,8	Erythromicin
8	Si-SBA-15	787	4,9	Amoxycilin

Penerapan konsep sistem pengiriman obat nano dapat dilakukan dengan cara melakukan kontrol terhadap sifat fisikokimia MSNs, sehingga dapat mengirim molekul obat dengan pelepasan terkontrol pada target tertentu. Penelitian menemukan bahwa sel mamalia mengambil dan menginternalisasi MSNs tanpa terjadi efek sitotoksik, sehingga menjadikan MSNs sebagai material yang direkomendasikan untuk aplikasi sistem pengiriman obat atau gen (Liu dkk, 2011).

Pada kasus pengiriman obat antitumor yang bersifat racun, pada prinsipnya tidak ada obat yang efektif dan efisien yang dilepaskan benar-benar tepat ke sel yang ditargetkan. Adapun mekanisme pelepasan yang terjadi pada beberapa sistem pengiriman obat berbasis polimer *biodegradable* didasarkan pada erosi yang diinduksi hidrolisis dari *nanostructure*. Pelepasan obat yang terenkapsulasi biasanya terjadi sesaat setelah obat terdispersi di dalam air (Yang dkk, 2012). Selain itu, penggunaan *nanocarrier* dalam sistem pengiriman obat biasanya menggunakan pelarut organik selama proses persiapan, yang mungkin dapat menyebabkan perubahan struktur dan atau fungsi molekul obat yang dienkapsulasi, seperti denaturasi dan agregasi protein yang tidak diinginkan. Sebaliknya, material silika



mesopori yang permukaannya difungsionalisasi menawarkan beberapa sifat unik, seperti: besarnya luas permukaan, ukuran dan volume pori, dan karakteristik permukaan yang terdefinisi dengan baik yang memungkinkan untuk menampung molekul dengan ukuran, bentuk dan fungsi yang berbeda (Trewyn dkk, 2007).

### 2.5.3 Sitotoksitas Nanopartikel Silika Mesopori

MSNs telah direkomendasikan sebagai material pada sistem pengiriman obat yang menjanjikan yang didukung oleh beberapa penelitian dalam dekade terakhir. Namun, ada beberapa kekhawatiran mengenai biokompatibilitas dan toksisitasnya. Silika sebagai komponen utama MSNs diterima sebagai “*Generally Recognized As Safe*” (GRAS) oleh FDA U.S. Namun, karena struktur MSNs berbeda dari silikon dioksida koloid, biokompatibilitasnya bergantung pada berbagai aspek seperti porositas, ukuran partikel, bentuk, fungsionalisasi permukaan, struktur dan konsentrasi. Pengaruh dosis pada sitotoksitas diteliti dan ditemukan bahwa MSNs dengan ukuran 270 nm toksisitasnya lebih kecil daripada partikel silika dengan ukuran 2,5  $\mu\text{m}$  dan sitotoksitas meningkat dengan meningkatnya dosis pada sel dendritik (Vallhov dkk, 2007). MSNs juga diamati dalam penelitian pada sel COS-7 dan sel MDA-MB-468. Tidak ada sitotoksitas yang dapat diidentifikasi sampai konsentrasi 25  $\mu\text{g/ml}$ . Namun, di atas dosis tersebut, MSNs menunjukkan efek toksik (Hartono, 2009).

Pengaruh porositas pada sitotoksitas dipelajari dengan membandingkan MSNs dengan nanopartikel silika yang tidak mempunyai pori dalam sel J774A1. Ditemukan bahwa MSNs menunjukkan tingkat sitotoksitas yang lebih rendah dibandingkan dengan nanopartikel silika yang tidak mempunyai pori (Lee dkk, 2011). Sebuah penelitian dilakukan untuk mengevaluasi pengaruh porositas, bentuk partikel dan fungsionalisasi permukaan pada sel RAW 264,7. Ditemukan bahwa nanopartikel silika yang tidak mempunyai pori toksisitasnya lebih rendah dibandingkan dengan MSNs sementara bentuk partikel tidak mempengaruhi sitotoksitas. Ketika

dipelajari pada efek porositas dan fungsionalisasi permukaan, diamati bahwa, fungsionalisasi permukaan positif mengarah pada hemolisis yang lebih tinggi dibandingkan dengan material silika yang tidak difungsionalisasi. Bahan silika non-pori yang tidak difungsionalisasi ditemukan lebih biokompatibel dibandingkan dengan MSNs yang difungsionalisasi karena menunjukkan lebih sedikit hemolisis. MSNs dengan aspek rasio yang kecil menunjukkan hemolisis yang lebih besar dibandingkan dengan MSNs dengan aspek rasio yang lebih tinggi (Yu dkk, 2011).

## **2.6 Sistem Pengiriman Obat**

Sistem pengiriman obat (DDS) adalah sistem yang terdiri dari dua komponen yaitu obat dan sistem pengiriman. Komponen pertama DDS yaitu Obat menurut FDA U.S didefinisikan sebagai zat yang dimaksudkan untuk digunakan dalam diagnosis, penyembuhan, mitigasi, pengobatan, atau pencegahan penyakit (FDA U.S, 2012). Tetapi, sebagian besar obat tidak dapat diberikan kedalam tubuh secara langsung hal ini dikarenakan obat-obat tersebut memiliki keterbatasan fisikokimia tertentu seperti kelarutan yang rendah di dalam air, permeabilitas yang buruk atau tidak stabil terhadap cahaya. Oleh karena itu, penting untuk memilih atau merancang sistem pengiriman yang tepat karena hal ini akan membantu meningkatkan kemanjuran dan keamanan obat. Komponen kedua dari sistem DDS yaitu pengiriman didefinisikan sebagai formulasi atau perangkat yang memungkinkan pengenalan zat terapan atau obat dalam tubuh untuk meningkatkan kemanjuran dan keamanannya dengan cara mengendalikan laju, waktu, dan tempat pelepasan obat dalam tubuh (Jain, 2008).

Untuk memenuhi persyaratan di atas, berbagai sistem pengiriman seperti tablet, kapsul, suspensi, suntikan, dll telah dikembangkan. Misalnya, ibuprofen, obat yang terkenal untuk mengobati rasa sakit dan peradangan yang memiliki tingkat kelarutan dalam air yang rendah (Weis dkk, 1995) oleh karenanya ibuprofen disajikan dalam bentuk tablet atau suspensi untuk mengatasi keterbatasan kelarutannya. Kelarutan ibuprofen dalam

tablet atau suspensi dapat ditingkatkan dengan salah satu pendekatan seperti mengurangi ukuran partikelnya dengan teknik *top-down* atau *bottom-up* atau dengan menggunakan kompleks inklusi ibuprofen dan siklodekstrin atau dengan memperoleh serbuk mikro ibuprofen yang diformulasikan dengan polimer.(Jambhrunkar, 2014)

### 2.6.1 Piroxicam

*Piroxicam* merupakan agen antiinflamasi yang digunakan untuk mengobati berbagai penyakit inflamasi, seperti *rheumatoid arthritis*, *osteoarthritis*, dan *gout*, dengan dosis pemberian 10 mg atau 20 mg sekali sehari. Piroksikam memiliki toksisitas yang rendah dan waktu paruh eliminasi yang lebih lama dibandingkan obat anti inflamasi yang lain (Rele, 2010). Piroksikam digolongkan dalam *Biopharmaceutics Classification System* (BCS) kelas dua, di mana obat ini memiliki permeabilitas yang baik namun kelarutannya buruk (Jalali dkk, 2014). Menurut Dirjen POM (2014), piroksikam memiliki kelarutan yang rendah sangat sukar larut dalam air, dalam asam encer, sebagian besar pelarut organik, etanol dan larutan alkali yang mengandung air. Sehingga laju disolusi piroksikam merupakan tahap penentu bagi tahap absorbsinya. Piroksikam mempunyai bentuk polimorf yang menunjukkan perbedaan dalam difraksi sinar-x, tetapi menunjukkan persamaan dalam spektra ultraviolet, mempunyai dua bentuk kristal yaitu kristal berbentuk jarum dan kristal berbentuk kubus. Kedua perbedaan ini menunjukkan perbedaan baik dalam sifat fisika-kimia maupun bioavailibilitasnya. Adapun dari bioavailibilitasnya, kedua kristal tersebut menunjukkan sedikit perbedaan dalam mencapai kadar plasma puncak setelah pemberian secara oral pada anjing (Dewijanti, 1989).

Bila ditinjau dari sifat fisika-kimianya, maka :

A. Kristal berbentuk jarum memiliki ciri :

- a) berwarna putih
- b) titik leleh 198°C
- c) Kelarutan dalam 0.1 HCl pada temperatur 30°C adalah 10,58 mg/l

- B. Mempunyai nilai absorbansi uv spektrometri. Adapun nilai absorbansi piroxicam pada media simulasi cairan lambung pada berbagai kadar dapat dilihat pada Tabel 2.3.

**Tabel 2. 3** Nilai Absorbansi Larutan *Piroxicam* pada Berbagai Kadar (Nurjannah dkk, 2017)

No	Kadar (mg/l)	Nilai Absorbansi
1	2,5	0,085
2	5	0,187
3	7,5	0,246
4	10	0,330
5	12,5	0,408

- C. Kristal berbentuk kubus memiliki ciri :

- a) berwarna kuning
- b) titik leleh 202°C
- c) Kelarutan dalam 0.1 HCl pada temperatur 30°C adalah 14,64 mg/l

(Dewijanti, 1989)

## 2.6.2 Teknik Enkapsulasi Obat

Sejak ditemukannya aplikasi MSNs sebagai material pembawa obat, berbagai metode enkapsulasi obat telah digunakan hingga saat ini. Berikut adalah beberapa metode yang digunakan untuk mengenkapsulasi molekul obat pada MSNs:

### A. Metode Immersi

Pada metode immersi, MSNs ditambahkan ke sejumlah larutan dengan konsentrasi obat tertentu di bawah pengadukan dalam waktu tertentu. MSNs yang telah dienkapsulasi obat didalamnya diperoleh dengan cara menyaring suspensi atau dengan sentrifugasi dan filtrat atau supernatan yang diperoleh dianalisis dengan spektrofotometer UV untuk menentukan jumlah pemuatan obat. Adapun pada penelitian Qu dkk, (2006) MCM-41 dengan kuantitas yang diketahui ditambahkan ke 10 ml larutan 0,1M ibuprofen-heksana dan diaduk selama 4 jam. Filtrat MCM-

41 yang telah mengenkapsulasi ibuprofen diperoleh dengan menyaring suspensi dan menganalisis filtrat dengan spektrofotometer UV. Pendekatan dengan metode serupa juga dilakukan untuk mengenkapsulasi berbagai obat seperti famotidine, dll. (Jambhrunkar dkk, 2014)

### **B. Metode Rotavap**

Pada metode rotavap, MSNs ditambahkan kedalam larutan obat yang diketahui konsentrasinya dan dikocok selama waktu tertentu. Setelah itu pelarut secara perlahan diuapkan dari suspensi menggunakan rotavapor. Contoh penerapan metode ini yaitu enkapsulasi indometasin kedalam MCM-41, dengan cara larutan indometasin dibuat dalam etanol dan MCM-41 ditambahkan ke dalamnya. Etanol perlahan diuapkan dari suspensi menggunakan rotavapor untuk mendapatkan indometasin yang terenkapsulasi didalam MCM-41. (Limnell dkk, 2011).

### **C. Metode Impregnasi**

Metode ini melibatkan perendaman MSNs dengan larutan obat sambil terus diaduk sampai diperoleh bubuk kering, menghasilkan impregnasi obat dalam pori-pori MSNs. Dalam satu studi yang dilakukan oleh Speybroeck, dkk., (2010), fenofibrate dilarutkan dalam metilen klorida pada konsentrasi 50 mg/ml dan ditambahkan tetes demi tetes ke MCM-41. Campuran lembab ini terus diaduk dengan spatula sampai bubuk kering diperoleh. Pendekatan dengan metode serupa juga diterapkan untuk mengenkapsulasi berbagai obat seperti aceclofenac, carvedilol, ezetimibe, indomethacin, glibenclamide (Jambhrunkar dkk, 2014).

### **2.6.3 Laju Disolusi Obat**

Bila suatu bahan obat diberikan secara oral dalam bentuk sediaan padat, misalnya tablet, kapsul atau suspensi, maka obat tersebut didalam tubuh akan mengalami berbagai proses yaitu disintegrasi dan pelepasan bahan obat dari sediaannya, disolusi

bahan obat dan absorpsi bahan obat ke dalam sirkulasi sistemik. Untuk bahan obat yang sukar larut maka laju disolusi merupakan tahap penentu bioavailabilitas bahan obat tersebut. Obat dalam bentuk padat harus melalui tahapan proses melarut terlebih dahulu sebelum dapat di absorb ke dalam sirkulasi sistemik, dengan demikian untuk bahan obat yang sukar larut, dengan meningkatkan laju disolusinya maka diharapkan laju absorpsi dan jumlah bahan obat yang terabsorpsi akan meningkat pula.

Persamaan laju disolusi dari suatu bahan obat pada keadaan konstan dinyatakan dalam Persamaan 2.3 :

$$\frac{dC}{dt} = K \times A \times Cs \dots\dots\dots (2.3)$$

Dimana :  $\frac{dC}{dt}$  = laju disolusi (mg/s)

K = koefisien difusi (cm/s)

A = luas permukaan partikel (cm<sup>2</sup>)

Cs = konsentrasi dari larutan jenuh bahan obat (mg/cm<sup>3</sup>)

Dari persamaan tersebut dapat dilihat bahwa laju disolusi suatu bahan obat berbanding lurus dengan luas permukaan bahan obat (A) dan kelarutan dari bahan obat tersebut (Cs). Dengan memperkecil ukuran partikel bahan obat, akan meningkatkan luas permukaan kontak dengan pelarut. Sehingga laju disolusinya akan meningkat. Hal ini berpengaruh terutama pada bahan obat yang sukar larut (Dewijanti, 1989).

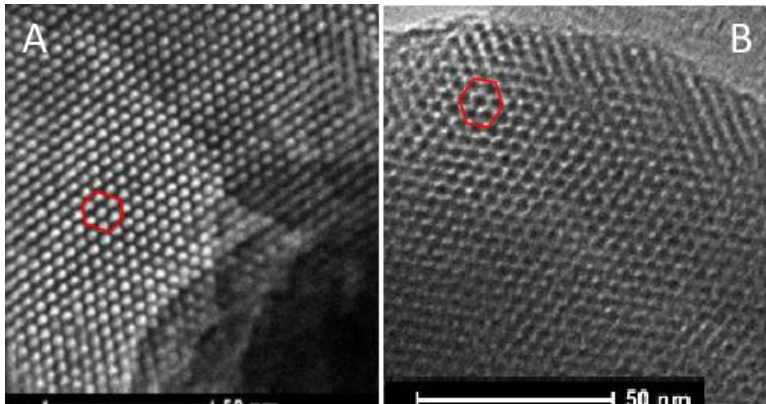
#### 2.6.4 Sistem Pengiriman Obat Saat Ini

Nanoteknologi perlu diberikan kepada pasien menggunakan sistem pengiriman yang tepat. Selain itu, sistem pembawa obat yang digunakan dalam DDS harus memiliki fitur ideal seperti *bioinertness*, biodegradabilitas, fisikokimia dan stabilitas struktural, imunogenisitas, target seluler, kemampuan untuk fungsionalisasi, ketepatan obat mencapai sel target, proses sintesis yang mudah dengan reproduksibilitas yang tinggi (Jain, 2008).

Dalam upaya pengembangan DDS yang ideal, beberapa sistem baru seperti liposom, dendrimer, partikel nano polimer, dispersi padat, mikroemulsi, dll. telah dikembangkan. Namun, sistem ini memiliki kelemahan seperti pemuatan obat yang rendah, stabilitas yang buruk, dll. Dibandingkan dengan DDS berbasis organik, nanopartikel silika mesopori anorganik telah menarik minat penelitian yang sangat tinggi di bidang katalis dan DDS (Vallet-Regi, 2001). Dalam bidang pengiriman obat, beberapa penelitian telah dilakukan dan ditemukan bahwa penggunaan nanopartikel silika mesopori hampir memenuhi karakteristik DDS ideal (Jambhrunkar, 2014)

### 2.7 Penelitian Terdahulu (*State of The Art*)

Ervianto, dkk., (2018) melakukan penelitian tentang analisa pengaruh konsentrasi *Cetyltrimethyl Ammonium Bromide* sebagai template terhadap pembentukan silika mesopori MCM-41 dari sekam padi. Adapun bentuk morfologi dari silika mesopori dapat dilihat pada hasil uji TEM pada Gambar 2.4



**Gambar 2. 4** Gambar Bentuk Heksagonal Susunan Pori (a) CTAB 1%, (b) CTAB 1,25% (Ervianto dkk, 2018).

Pada hasil pengujian TEM sampel silika dengan penambahan 1,25% CTAB menunjukkan struktur partikel yang tidak beraturan. Gambar 4.10 B (kanan) menunjukkan adanya pori-

pori yang tersebar pada permukaan silika. Pada sampel 1% CTAB membentuk susunan heksagonal (Gambar 2.4 B). Sehingga silika dengan penambahan 1% atau 1,25% CTAB membentuk silika MCM-41. Sedangkan hasil uji nitrogen adsorption-desorption isotherms pada sampel SiO<sub>2</sub> dengan penambahan 1%, 1,25%, 1,5%, 1,75%, dan 2% CTAB ditunjukkan pada Tabel 2.4.

**Tabel 2. 4** Data Hasil Uji BET Silika dengan Penambahan CTAB (Ervianto dkk, 2018).

No	Sampel	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran diameter pori rata-rata (nm)	Total volume pori (cc/g)
1	1%	552,429	7,58248	1,047
2	1,25%	768,947	6,07107	1,167
3	1,5%	705,501	5,81420	1,025
4	1,75%	1071,401	5,69372	1,525
5	2%	1291,436	4,95764	1,601

Persebaran ukuran pori (BJH adsorption) dari sampel 1. 1%, 2. 1,25%, 3. 1,5%, 4. 1,75%, dan 5. 2%. Pada sampel 1% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3,4178 nm. Sedangkan pada sampel 1,25% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3,0517 nm. Untuk sampel 1,5% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3,4098 nm. Sampel 1,75% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3,0552 nm. Dan sampel 2% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3,0664 nm.

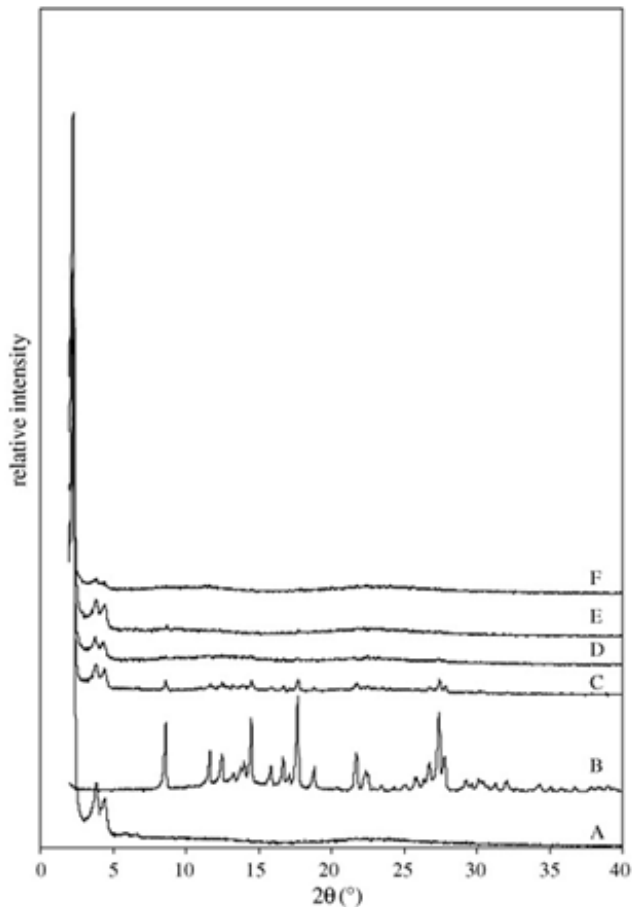
Dari data menunjukan kelima sampel memiliki persebaran ukuran pori paling tinggi pada diameter 3 nm. Hal ini menunjukan pada material mesopori yang dihasilkan ukuran porinya seragam pada diameter 3 nm. Penambahan surfaktan CTAB menyebabkan terbentuk pori yang lebih seragam. Mesopori silika tipe MCM-41 memiliki ukuran pori dan bentuk pori yang seragam. Hal disebabkan oleh penggunaan surfaktan



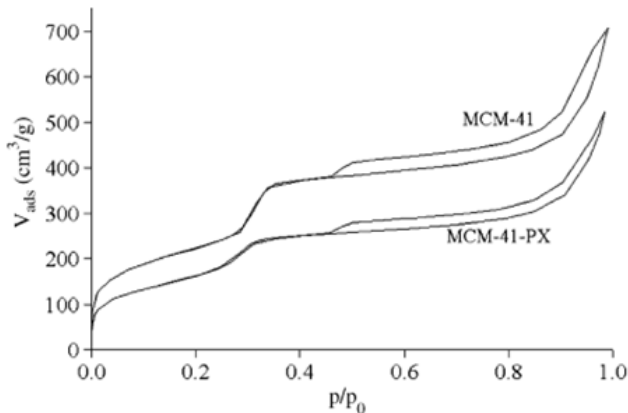
sebagai pembentuk pori pada material. Panjang dari rantai surfaktan berpengaruh terhadap ukuran pori. Sehingga dengan penggunaan 1 jenis surfaktan akan memberikan ukuran pori yang seragam. Pada hasil pengujian BET luas permukaan paling tinggi ditunjukkan pada sampel dengan penambahan 2% CTAB yang memiliki luas 1291,436 m<sup>2</sup>/g, dengan ukuran diameter porinya adalah 4,95764 nm dan volume total porinya yaitu 1.601 cc/g. Hal ini menunjukkan penggunaan konsentrasi CTAB 2% mampu menghasilkan mesopori silika dengan luas permukaan yang tinggi dan volume total pori yang besar (Ervianto dkk, 2018)

Penelitian tentang peningkatan laju disolusi piroksikam telah diteliti oleh Ambrogi dkk, (2007) dengan melarutkan 400 mg piroksikam kedalam 10 ml larutan *acetonitrile* dan *dichloromethane* dengan perbandingan volume 3:7, lalu ditambahkan kedalamnya 500 mg silika mesopori MCM-41. Kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 48 jam, setelah itu endapan di ambil dengan proses sentrifugasi. Berikutnya sampel dikeringkan menggunakan metode *cool drying* dan diuji, didapatkan hasil uji XRD pada Gambar 2.5 sebagai berikut :

Pola XRD MCM-41-*piroxicam*, campuran fisik, kristal piroksikam dan MCM-41 ditunjukkan dalam Gambar 2.5. Difraktogram MCM-41 menunjukkan pantulan khas antara 2° dan 8°. MCM-41-PX Pola XRD-nya menunjukkan adanya refleksi MCM-41 dan pola XRD dari piroksikam kristal sangat minim. Hal ini menunjukkan bahwa MCM-41 mempertahankan strukturnya setelah dienkapsulasi obat sehingga tidak terdeteksi adanya kristal *piroxicam*.



**Gambar 2. 5** Pola XRD dari (a) MCM-41, (b) *Piroxicam* Kristalin, (c) MCM 41 dan *Piroxicam* yang Dicampur Secara Mekanik, (d) MCM-41-*Piroxicam*, (e) MCM-41-*Piroxicam* Setelah 30 Hari Penyimpanan pada Temperatur 40°C, (f) MCM-41-*Piroxicam* Setelah 30 Hari Penyimpanan pada Temperatur 40°C dan Tingkat Kelembapan Rata – Rata 75% (Abrogi dkk,2007).



**Gambar 2. 6** Kurva *Adsorbs-Disorbsi Isotherm Nitrogen* pada MCM-41 dan MCM-41-*Piroxicam* (Abroggi dkk, 2007).

Pada Gambar 2.6 *adsorpsi-desorpsi nitrogen isotherm* terhadap MCM-41 dan MCM-41-*piroxicam* dilaporkan. Hasil uji B.E.T. menunjukkan luas permukaan spesifik untuk MCM-41 dan MCM-41-*piroxicam* masing-masing adalah 803 dan 572 m<sup>2</sup>/g. Adsorpsi isotherm sampel yang dienkapsulasi dengan *piroxicam* menunjukkan volume nitrogen yang teradsorpsi dalam interval  $p/p_0$  antara 0,3 dan 0,35 menurun setelah enkapsulasi obat. Sejalan dengan hal itu, distribusi ukuran pori rata-rata untuk sampel MCM-41 dan MCM-41-*piroxicam*, yang dihitung dengan metode BJH-KJS, bergeser dari 3,21 nm ke 3,08 nm dan volume mesopori menurun dari 0,65 menjadi 0,47 cm<sup>3</sup>/g. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh keberadaan molekul *piroxicam* yang masuk ke dalam pori – pori MCM-41.

Pengujian disolusi dilakukan dalam media air deionisasi dan pada fluida dengan kondisi pH berbeda untuk menyelidiki perilaku pelepasan obat dalam saluran gastrointestinal yang berbeda. Disolusi *piroxicam* dari MCM-41-*piroxicam* dibandingkan dengan bubuk murni *piroxicam* dan campuran fisik

*piroxicam* dengan MCM-41. Dari semua tes pelepasan obat yang dilakukan, MCM-41-PX memiliki tingkat pelepasan yang lebih cepat daripada bubuk murni dan campuran fisik. Pada Tabel 2.4 persentase pelepasan *piroxicam* setelah pengujian pada fluida selama 30 menit dilaporkan.

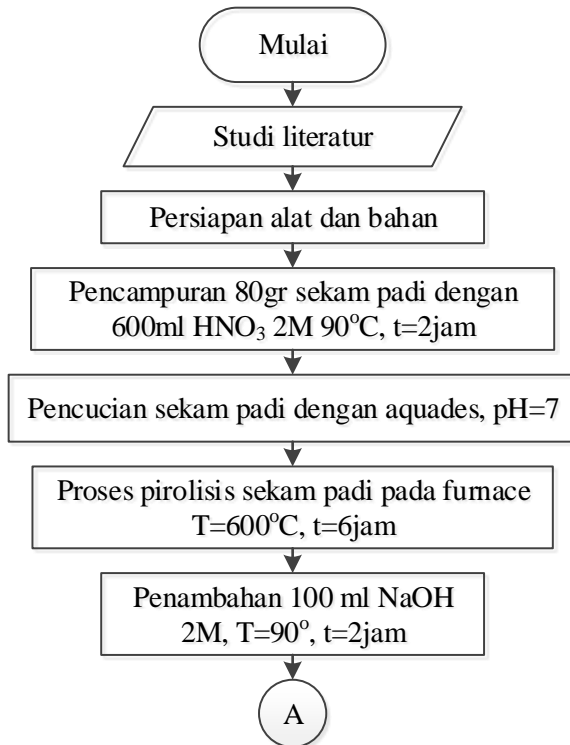
Dapat diamati bahwa perbedaan profil pelepasan obat lebih jelas pada cairan asam. Bahkan, pada medium pelepasan dengan pH 1,2 obat yang terdisolusi dari MCM-41-PX mencapai 90% setelah 5 menit, sedangkan disolusi PX dari bubuk kristal sangat rendah, dengan kurang presentase disolusi kurang dari 56% setelah 120 menit pengujian. Sehingga penelitian ini dapat disimpulkan bahwa silika mesopori MCM-41 dapat meningkatkan disolusi obat secara signifikan pada semua media uji yang berbeda, terutama lingkungan asam (pH 1.2). Peningkatan pesat tingkat disolusi obat pada pH asam sangat berguna karena memungkinkan disolusi obat yang cepat di dalam perut di mana absorpsi dapat terjadi. Sehingga silika mesopori MCM-41 dapat dianggap matriks yang baik untuk menyiapkan formulasi obat-obatan kelas II pada sistem klasifikasi biofarmasi (Abrogi dkk, 2007).

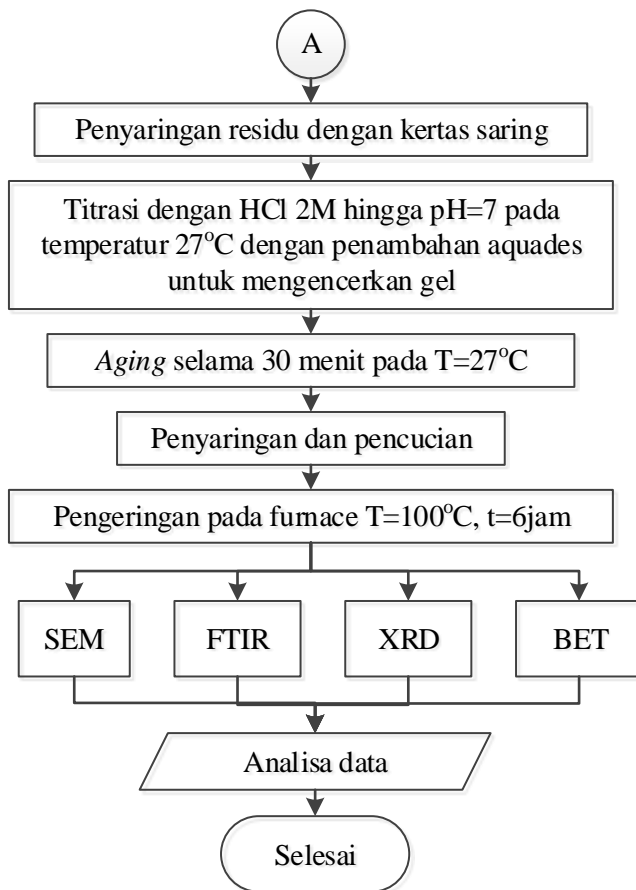
*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

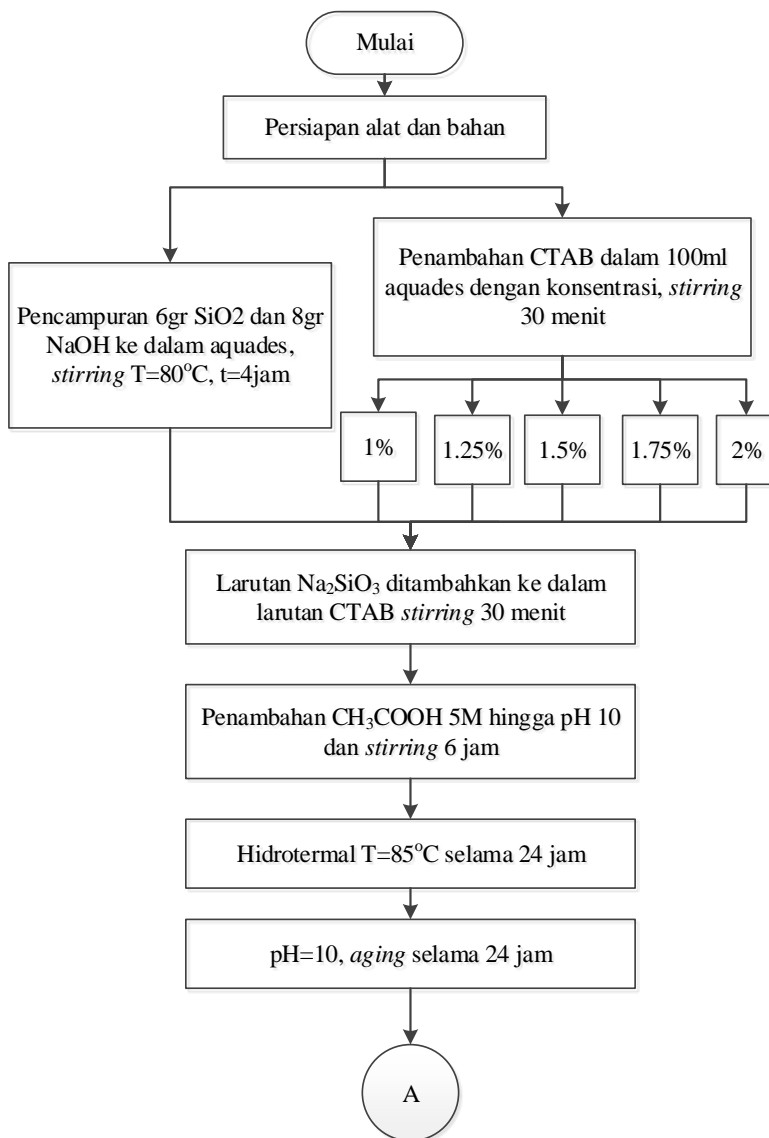
#### 3.1 Diagram Alir

Pada penelitian ini terdapat tiga tahapan yang dilakukan, yaitu tahap ekstraksi silika dari sekam padi, sintesis nanopartikel silika mesopori dan enkapsulasi *piroxicam*.

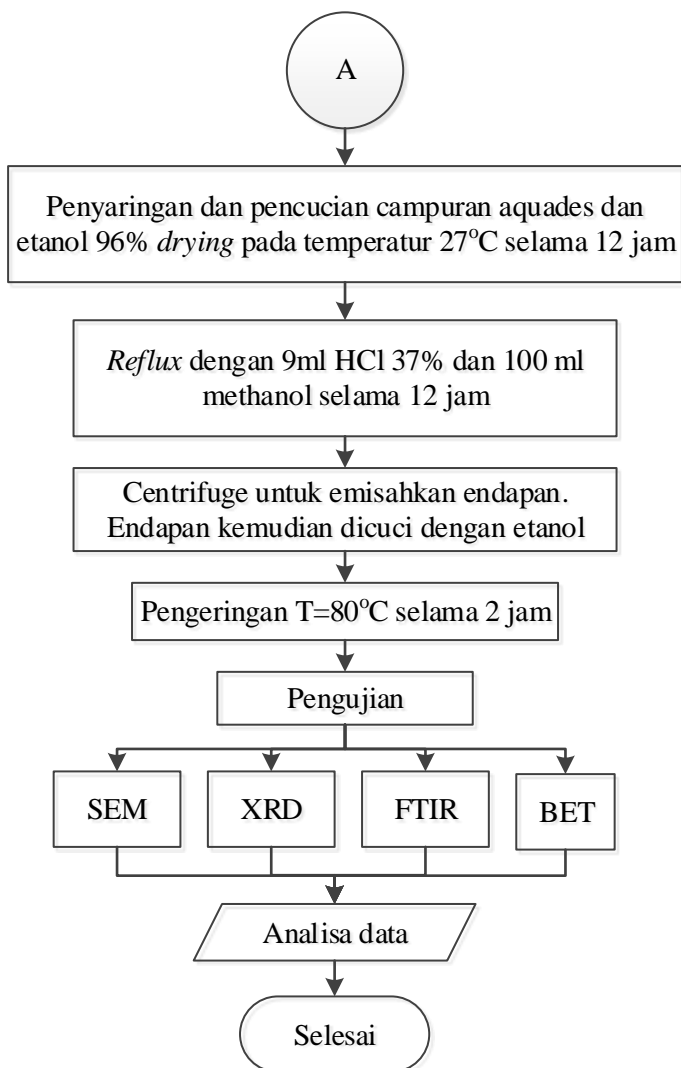




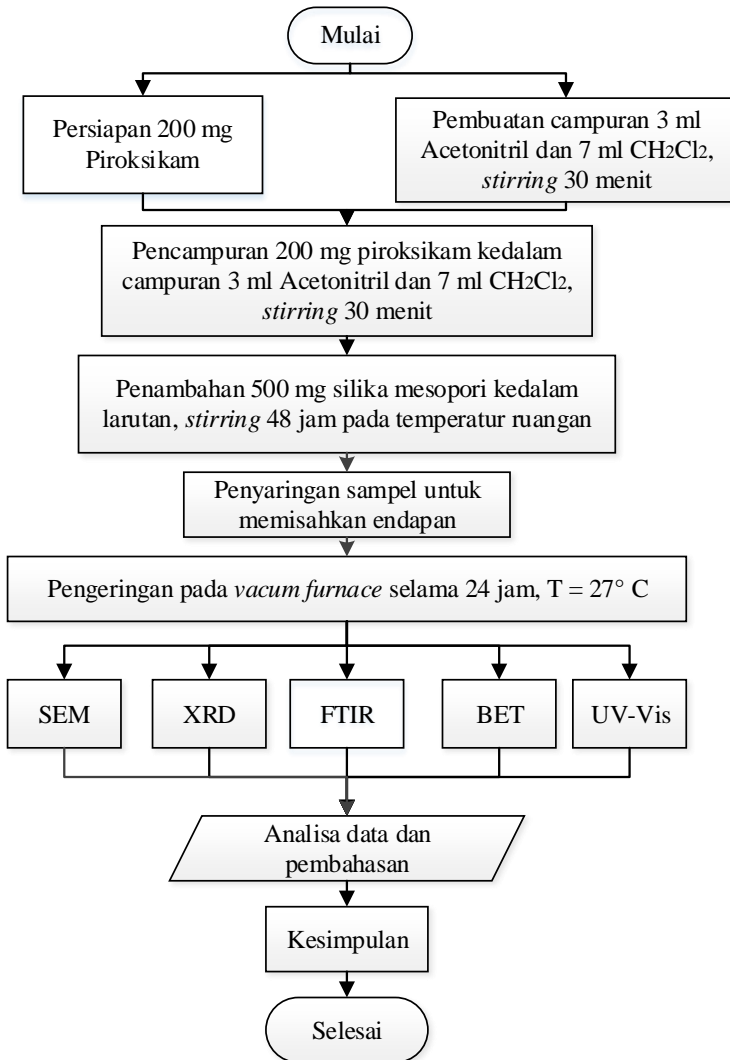
**Gambar 3. 1** Diagram Alir Proses Ekstraksi Silika







**Gambar 3. 2** Diagram Alir Proses Sintesis *Mesoporous Silica Nanoparticles* (MSNs)



**Gambar 3. 3** Diagram Alir Proses Enkapsulasi *Piroxicam* Kedalam Silika Mesopori

---

### 3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Sekam padi
2. Larutan asam klorida (HCl) 37 %
3. Serbuk natrium hidroksida (NaOH) 99 %
4. Larutan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 99 %
5. Akuades
6. Serbuk *cetyltrimetilammonium bromide* (CTAB) 99 %
7. Larutan *acetonitrile* 99 %
8. Larutan *dichloromethane* 99 %
9. Serbuk *piroxicam* murni 99 %
10. Larutan *methanol* 37 %
11. Larutan *ethanol* 96 %

### 3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Timbangan digital  
Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa bahan yang berupa serbuk.



**Gambar 3. 4** Timbangan Digital

2. *Crucible furnace*

*Crucible furnace* digunakan sebagai wadah spesimen pada proses pembakaran dan proses pengeringan sampel.



**Gambar 3. 5** *Crucible Furnace*

3. *Muffle furnace*

*Muffle furnace* digunakan untuk proses pembakaran sekam padi, pengeringan sampel dan proses *hidrothermal*.



**Gambar 3. 6** *Muffle Furnace*

## 4. Gelas ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume bahan larutan yang digunakan.



**Gambar 3. 7** Gelas Ukur

5. *Erlenmeyer*

*Erlenmeyer* digunakan sebagai wadah sampel pada proses stirring dan proses *reflux*.



**Gambar 3. 8** *Erlenmeyer*

6. *Autoclave*

*Autoclave* digunakan untuk proses hydrothermal sampel.



**Gambar 3. 9** *Autoclave*

7. *Hot plate and magnetic stirrer*

*Hot plate and magnetic stirrer* digunakan pada proses *stirring* sampel dengan temperatur tertentu



**Gambar 3. 10** *Hot Plate and Magnetic Stirrer*

## 8. Gelas beaker

Gelas beaker digunakan sebagai wadah sampel saat pencampuran, pengadukan, maupun pencucian dengan akuades.



**Gambar 3. 11** *Gelas Beaker*

9. *Spatula*

*Spatula* digunakan untuk mengambil bahan serbuk yang digunakan.

## 10. Kertas saring

Kertas saring digunakan untuk proses pencucian sampel setelah proses sol-gel.

## 11. Kertas pH

Kertas pH digunakan untuk mengukur pH pada sampel.

## 12. Corong plastik

Corong plastik digunakan pada proses penyaringan sampel.

## 13. Pengujian : XRD, FTIR, SEM, BET, UV-Vis

---

### 3.4 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur penelitian pada penelitian ini dimulai dari persiapan bahan, ekstraksi silika dari sekam padi, sintesis mesoporous silika nanopartikel, dan proses enkapsulasi piroxicam ke dalam nanopartikel silika. Untuk menganalisa hasil dari penelitian digunakan karakterisasi material menggunakan pengujian XRD, FTIR, SEM, DSC-TGA, BET dan spektrofotometri uv-vis. Agar lebih jelas dijabarkan pada sub subab berikut:

#### 3.4.1 Persiapan Bahan

Proses persiapan bahan diawali dengan pencucian sekam padi untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada sekam padi, kemudian dijemur pada terik matahari hingga kering. Dilanjutkan dengan membuat larutan HCl 2M, CH<sub>3</sub>COOH 2M dan NaOH 2M.

#### 3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Ekstraksi silika (SiO<sub>2</sub>) dari sekam padi dilakukan dengan menambahkan 80 gram sekam padi pada 500 ml larutan HCL 2M dalam gelas beaker seraya dipanaskan pada temperatur 90°C selama 2 jam. Selanjutnya sekam padi dicuci dengan aquades hingga pH 7. Kemudian dimasukan kedalam *crucible furnace* dan dibakar didalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 6 jam. Pembakaran sekam padi tersebut menghasilkan abu sekam padi atau *rice husk ash* (RHA). RHA yang diperoleh selanjutnya ditimbang sebanyak 6 gram dan dimasukan kedalam larutan NaOH 2 M sebanyak 100 ml dan di *stirring* selama 2 jam pada temperatur 90°C . Larutan campuran RHA dan NaOH kemudian disaring untuk dipisahkan dengan residu yang ada. Kemudian dilakukan proses titrasi terhadap larutan dengan HCl 2M hingga pH 7 dan terbentuk gel. Selanjutnya gel di *aging* selama 24 jam. Kemudian gel disaring dan dicuci menggunakan aquades. Terakhir gel dimasukan kedalam *crucible furnace* dan di keringkan dalam *furnace* selama 6 jam pada temperatur 100°C.

---



SiO<sub>2</sub> yang dihasilkan kemudian dikeluarkan dan dilakukan pengujian.

### 3.4.3 Sintesis Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNs)

Proses sintesis *mesoporous silica nanoparticles* (MSNs) menggunakan bahan utama silika hasil ekstraksi dari sekam padi, adapun bahan lainnya yaitu NaOH, CH<sub>3</sub>COOH, CTAB, etanol dan aquades. Dilakukan dengan cara pertama mencampurkan 6 gr SiO<sub>2</sub> dan 8 gr NaOH kedalam 100 ml aquades dalam *erlenmeyer*. Kemudian di panaskan dengan *oil bath* pada temperatur 80°C selama 24 jam untuk mendapatkan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). CTAB dengan konsentrasi 2% sesuai dilarutkan kedalam akuades kemudian di *stirring* selama 30 menit pada temperatur ruangan. Selanjutnya natrium silikat dituang kedalam gelas beaker dan larutan CTAB ditambahkan secara perlahan dalam kondisi diaduk. Larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>-CTAB di *stirring* selama 30 menit agar larutan menjadi homogen. Setelah itu larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>-CTAB di tambahkan CH<sub>3</sub>COOH 5M hingga pH 10 dan *stirring* selama 6 jam pada temperatur ruangan. Selanjutnya sol-gel yang diperoleh diberi perlakuan hidrothermal pada temperatur 100°C selama 24 jam. Sol-gel yang telah di hidrothermal kemudian di *aging* selama 24 jam dengan pH tetap dijaga 10. Sol-gel kemudian disaring dengan kertas saring dan di cuci menggunakan aquades minimal 10 kali. Untuk menghilangkan CTAB dilakukan *reflux* dengan larutan 100 ml methanol 99% dan penambahan 9 ml HCl 37%. Proses *reflux* dilakukan selama 72 jam. Selanjutnya padatan silika mesopori di keringkan pada temperatur 80°C selama 2 jam. Terakhir padatan mesopori silika di *dimilling* agar menjadi serbuk dan dilakukan proses pengujian.

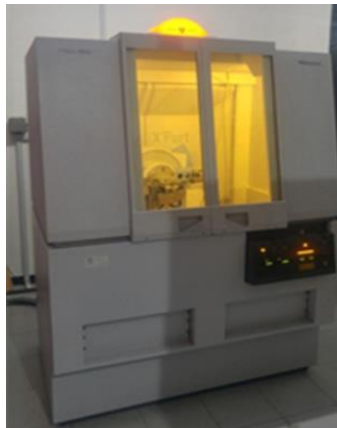
### 3.4.4 Proses Enkapsulasi Piroxicam

Proses enkapsulasi *piroxicam* ke dalam silika mesopori diawali dengan pencampuran 400 mg peroksikam kedalam campuran 3 ml *acetonitril* dan 7 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetis selama 30 menit, dilanjutkan dengan penambahan 500 mg silika mesopori kedalam larutan dan

diaduk selama 48 jam pada temperatur ruangan, lalu larutan di *aging* selama 2 jam setelah itu dilakukan proses sentrifugasi selama 30 menit untuk memisahkan endapan. Selanjutnya endapan yang didapatkan di keringkan pada *vacum* selama 24 jam lalu dilakukan penghalusan terhadap sampel dan dilakukan pengujian.

### 3.4.5 Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

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



**Gambar 3. 12** Alat uji XRD PANalytical

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat sampel berupa plat tipis yang berlubang di tengahnya yang ukurannya sesuai dengan sampel

(serbuk) dengan perekat pada sisi baliknya. Analisa yang dilakukan pada hasil XRD penelitian ini menggunakan analisa kualitatif dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data *hanawalt card* dan piranti lunak *highscore plus analysis*.

#### 3.4.6 Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian SEM dilakukan terhadap nanopartikel silika mesopori dan silika hasil ekstraksi dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Microskop* (SEM), Gambar 3.17, berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.18. 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.



**Gambar 3. 13** Alat uji SEM-EDX FEI Tipe Inspect S-50

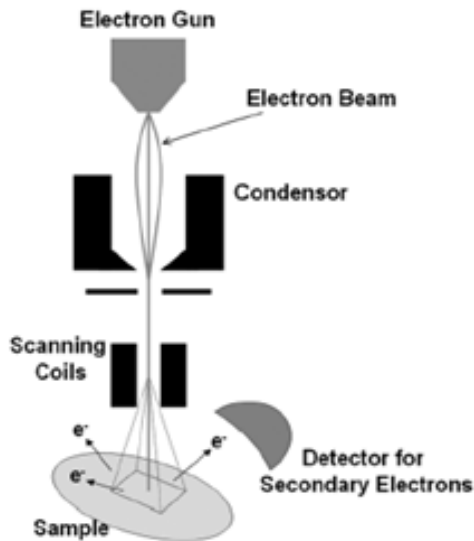
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa serbuk 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. 14** Skema Alat Uji SEM (Raharjo dkk, 2018).

### 3.4.7 Pengujian Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika. Sistem optik *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR), Gambar 3.19, ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan

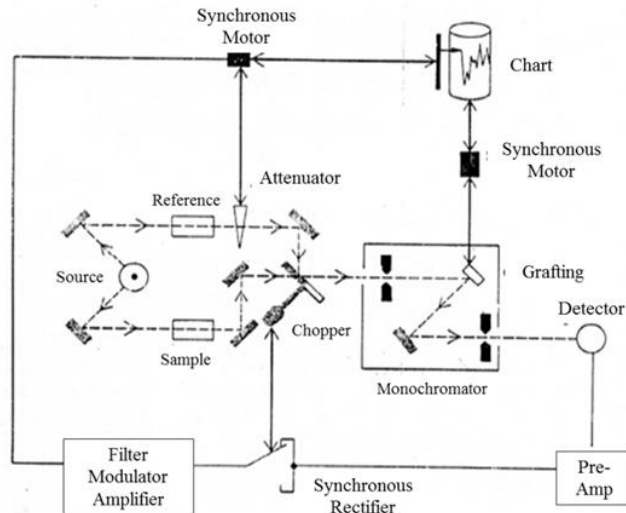
cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi ( $\delta$ ). Hubungan antara intensitas radiasi 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*.



**Gambar 3. 15** Alat Uji FTIR (Ervianto dkk, 2018)

Pada sistem optik *Fourier Transform Infra Red* digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa

kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah. Skema alat uji FTIR ini ditunjukkan pada Gambar 3.20.



**Gambar 3. 16** Skema Alat Uji FTIR (Ervienta dkk, 2018)

### 3.4.8 BET Surface Analysis

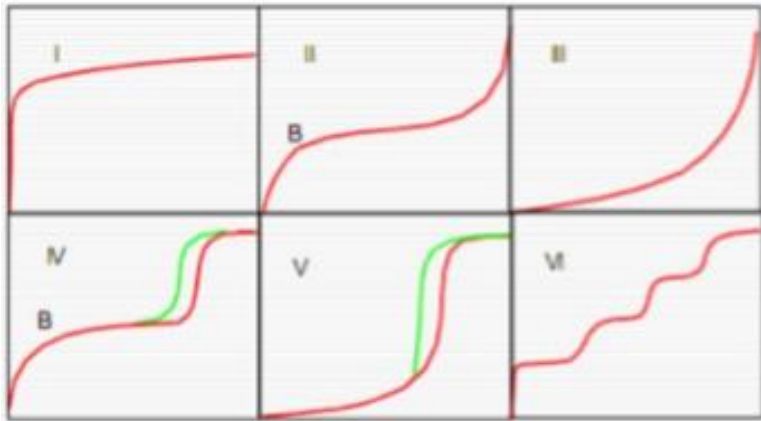
*BET Surface Analysis* digunakan untuk untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isotherm adsorpsi suatu gas dari nanopartikel silika mesopori (MSNs). Pengujian ini menggunakan alat uji berupa *Surface Area Analysis (SAA)*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.21. 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. 17** Alat Uji SAA (fisisorpsi) (Raharjo dkk, 2018)



**Gambar 3. 18** Enam Tipe Kurva Isoterm Adsorpsi Sesuai Dengan IUPAC (Raharjo, dkk 2018)

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

Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis P/P<sub>0</sub>, merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah P<sub>0</sub>. 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. 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.

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. Tipe IV dan V sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis. Biasanya terjadi pada padatan berpori. 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*).

### 3.4.9 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri sinar tampak (uv-vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002).



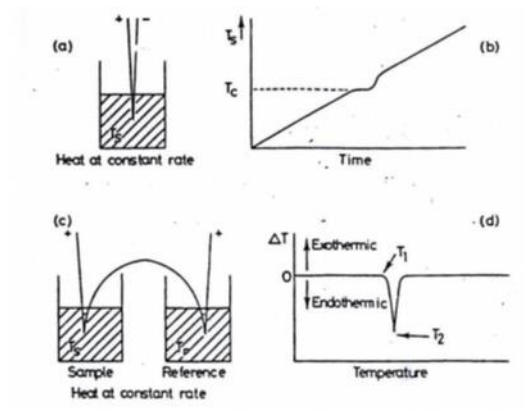
**Gambar 3. 19** Alat Uji UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasari pada molekul selalu mengabsorbsi cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis). Spektrum absorpsi UV-Vis adalah sekitar 220 nm sampai 800 nm dan dinyatakan sebagai spektrum elektron. Suatu spektrum ultraviolet meliputi daerah bagian ultraviolet (190-380 nm),

spektrum visible bagian sinar tampak (380-780 nm). Pengukuran menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis ini didasari pada hubungan antara berkas radiasi elektromagnetik yang ditransmisikan (diteruskan) atau yang diabsorbsi dengan tebalnya cuplikan dan konsentrasi dari komponen penyerap. Berdasarkan hal inilah maka untuk dapat mengetahui konsentrasi sampel berdasarkan data serapan (a) sampel, perlu dibuat suatu kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbsi (b) dengan konsentrasi (c) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui.

#### **3.4.10 Differential Scanning Calorimetry (DSC)**

Analisa termal diferensial adalah teknik dimana temperatur dari suatu sample dibandingkan dengan material referen inert selama perubahan temperatur terprogram. Temperatur sample dan referen akan sama apabila tidak terjadi perubahan, namun pada saat terjadinya beberapa peristiwa termal, seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sample. Temperatur dari sample dapat berada di bawah (apabila perubahannya bersifat endotermik) ataupun di atas (apabila perubahan bersifat eksotermik) temperatur referen. Alasan penggunaan sample dan referen secara bersamaan diperlihatkan pada Gambar 3.20. Pada Gambar (a) sampel mengalami pemanasan pada laju konstan dan temperaturnya,  $T_s$  dimonitor secara kontinu menggunakan termokopel.



**Gambar 3. 20** Alat DSC (a) *Set-up* DSC Tanpa Referen, (b) Grafik pada Set-up Tanpa Referen, (c) Set-up DSC Dengan Referen, dan (d) Grafik pada Set-up DSC Tanpa Referen ( Ramachandran dkk, 2002)

Temperatur dari sample sebagai fungsi dari waktu diperlihatkan pada Gambar 3.20 (b); plotnya berupa suatu garis linear hingga suatu peristiwa endotermik terjadi pada sampel, misalnya titik leleh  $T_c$ . Temperatur sample konstan pada  $T_c$  sampai peristiwa pelehan berlangsung sempurna; kemudian temperaturnya meningkat dengan tajam untuk menyesuaikan dengan temperatur program. Peristiwa termal pada sample yang berlangsung pada  $T_c$  teramati sebagai deviasi yang agak luas dari slop baseline (b). Plot seperti ini tidak sensitif pada efek pemanasan yang kecil karena waktu yang diperlukan bagi proses sejenis ini bisa sangat singkat dan menghasilkan deviasi yang juga kecil. Lebih jauh lagi, beragam variasi tidak diharapkan dari baseline, yang bisa disebabkan oleh fluktuasi laju pemanasan, akan menyerupai peristiwa termal. Karena ketidaksensitivannya, teknik ini memiliki aplikasi yang terbatas; penggunaan utama pada awalnya adalah pada 'metode kurva pendinginan' yang

digunakan pada penentuan diagram fasa; dimana temperatur sample direkam pada proses pendinginan dan bukan pemanasan, karena efek panas yang diasosiasikan dengan solidifikasi dan kristalisasi biasanya cukup besar sehingga dapat dideteksi dengan metode ini.

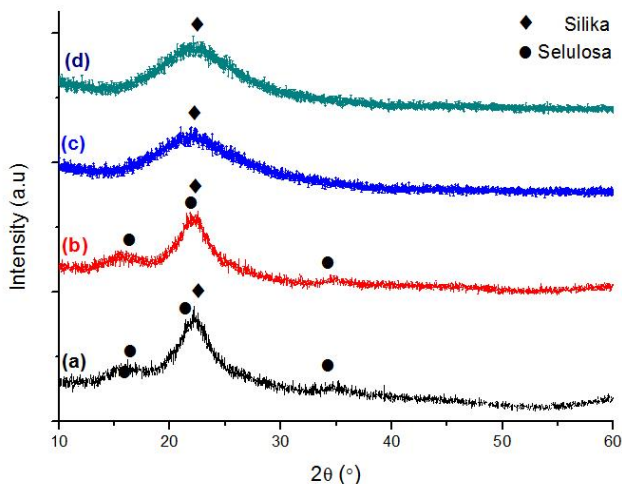


**Gambar 3. 21** STA PT1000 TG-DSC (*STA Simultaneous Thermal Analysis*) Linseis Messgeräte GmbH)

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD)



**Gambar 4. 1** Difraktogram XRD (a) Sekam Padi, (b) Sekam Padi dengan Perlakuan *Leaching*  $\text{HNO}_3$ , (c) RHA, dan (d) Silika Hasil Ekstraksi

Gambar 4.1 (a) menunjukkan difraktogram pengujian XRD sekam padi, terdapat puncak-puncak difraksi pada  $2\theta = 16,5153^\circ$ ,  $20,639^\circ$ , dan  $34,759^\circ$ . Selanjutnya Gambar 4.1 (b) menunjukkan difraktogram XRD untuk sekam padi setelah *leaching*  $\text{HNO}_3$ , terdapat puncak-puncak difraksi pada  $2\theta = 16,3882^\circ$ ,  $21,5102^\circ$ , dan  $34,4691^\circ$ . Gambar 4.1 (c) merupakan difraktogram XRD untuk RHA dengan puncak difraksi di  $2\theta = 21,984^\circ$ . Gambar 4.1 (d) adalah difraktogram XRD silika hasil ekstraksi dengan puncak difraksi di  $2\theta = 22,675^\circ$ . Difraktogram XRD sekam padi mempunyai puncak difraksi di  $2\theta = 16,5153^\circ$ ,  $20,639^\circ$ , dan  $34,6140^\circ$  adalah puncak difraksi untuk selulosa

sesuai dengan ICDD #00-003-0026. Pada puncak  $22,1727^\circ$  membentuk puncak yang lancip menunjukkan selulosa pada sekam padi memiliki struktur kristalin. Sedangkan pada puncak  $16,5153^\circ$  dan  $34,6140^\circ$  membentuk puncak yang melebar yang menandakan selulosa memiliki struktur amorf. Pada sampel sekam padi dengan perlakuan *leaching*  $\text{HNO}_3$  memiliki puncak difraksi di  $2\theta = 16,3882^\circ$ ,  $21,5102^\circ$ , dan  $34,4691^\circ$  sesuai ICDD #00-003-0226 puncak-puncak difraksi tersebut adalah selulosa.

Puncak difraksi pada sampel sekam padi yang diberi perlakuan *leaching*  $\text{HNO}_3$  mengalami sedikit pergeseran  $2\theta$ . Pada  $2\theta = 21,5102^\circ$  mengalami penurunan tinggi puncak dan mengalami penambahan nilai FWHM dari  $5,25^\circ$  menjadi  $5,45^\circ$  yang mengindikasikan selulosa pada sekam padi berubah strukturnya dari kristalin menjadi amorf. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Chandrasekar, dkk., (2005) yang menyatakan bahwa silika yang dihasilkan dari abu sekam padi hasil pemanasan merupakan silika amorf. Lebih lanjut hal ini juga sejalan dengan penelitian Umeda, dkk., (2008) yang menyatakan bahwa dekomposisi sekam padi yang didahului dengan perlakuan asam dapat menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi dan bersifat amorf.

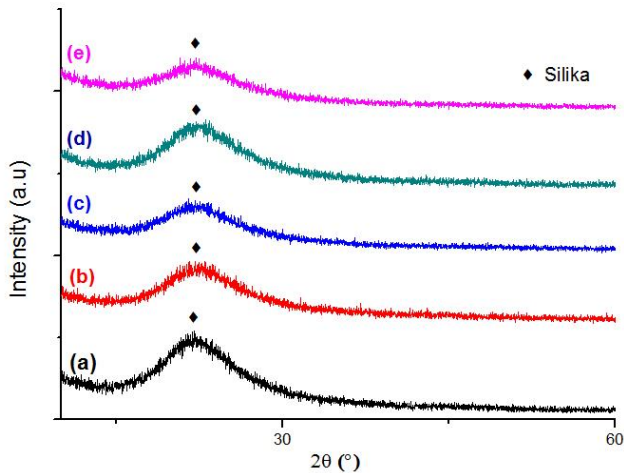
Bisa di lihat pada difraktogram XRD sekam padi dengan perlakuan *leaching*  $\text{HNO}_3$  (Gambar 4.1 (b)) terjadi penurunan grafik pada  $2\theta = 60^\circ$ - $90^\circ$ , hal ini akibat pengaruh penggunaan  $\text{HNO}_3$  sebagai *acid treatment* pada sekam padi. Selain itu puncak difraksi di  $2\theta = 22,1727^\circ$  pada sekam padi dan  $22,6103^\circ$  pada sekam padi yang di *leaching* menunjukan puncak difraksi dari silika sesuai dengan ICDD #00-001-0424. Puncak difraksi selulosa dan silika pada  $2\theta = 22^\circ$  saling berhimpitan hal ini dikarenakan silika organik dalam sekam padi berikatan dengan selulosa Chandrasekhar, dkk (2003). Difraktogram sampel RHA menunjukan grafik yang melebar (Gambar 4.1 (c)) dengan puncak di  $2\theta = 22,0155^\circ$  sesuai ICDD #00-001-0424 menunjukan fasa silika dengan struktur kristal *cristobalite*. Pada sampel RHA tidak ditemui puncak difraksi di  $2\theta = 16,5153^\circ$  dan  $34,6140^\circ$ . Hal ini

---

menunjukkan proses pembakaran pada temperatur 600°C menghilangkan selulosa dan menghasilkan silika amorf.

Pada puncak difraksi RHA di  $2\theta = 22,0155^\circ$  menjadi lebih lebar dibandingkan dengan sekam padi. Perubahan lebar puncak ini dipengaruhi oleh proses pembakaran yang menyebabkan selulosa pada sekam padi terdekomposisi dan menyisakan silika amorf pada RHA. Pada proses pembakaran terjadi dekomposisi senyawa organik. Pada proses ini  $\text{SiO}_2$  berkumpul dan membentuk fasa *cristobalite*. Hal ini ditunjukkan oleh difraktogram XRD RHA (Gambar 4.1 (c)) yang semakin lebar dan menjadi puncak tunggal di  $2\theta = 22,0155^\circ$ . Hal ini diperkuat lagi dengan penelitian Raharjo, dkk., (2018) yang melakukan pembakaran silika pada temperatur 600 °C, menghasilkan silika dengan struktur amorf dengan persentase silika 99%. Dari data percobaan yang telah dilakukan, dapat diamati bahwa pembakaran sekam padi pada temperatur 600°C dalam waktu 6 jam menghasilkan RHA yang amorf (Gambar 4.1 (c)).



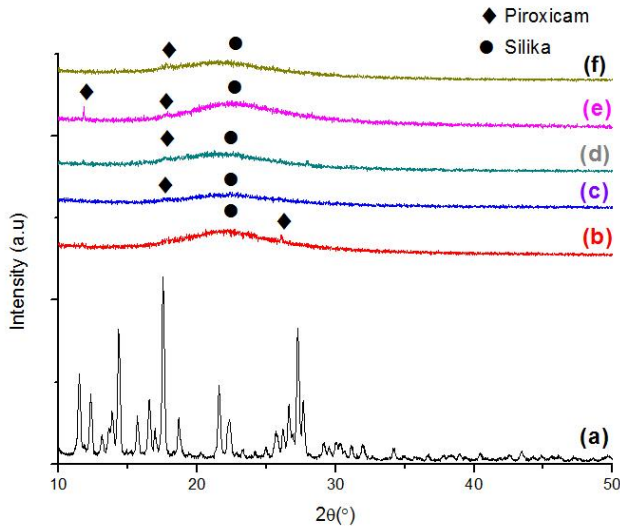


**Gambar 4. 2** Difraktogram dari Sampel Silika dengan Penambahan CTAB (a) 1%CTAB, (b) 1,25% CTAB, (c) ,5 % CTAB, (d) 1,75% CTAB, (e) 2% CTAB

Gambar 4.2 (a) merupakan difraktogram XRD untuk sampel 1% CTAB dengan  $2\theta$  sebesar  $21.8404^\circ$ , FWHM sebesar 8,99 dan  $d$ -spacing  $4,06616\text{\AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Gambar 4.2 (b) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel 1,25% CTAB dengan  $2\theta$  sebesar  $22,8913^\circ$ , FWHM sebesar  $10,63^\circ$  dan  $d$ -spacing  $3,88180\text{\AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Gambar 4.2 (c) difraktogram XRD untuk sampel 1,5% CTAB dengan  $2\theta$  sebesar  $21,6652^\circ$ , FWHM sebesar  $10,10^\circ$  dan  $d$ -spacing  $4,09864\text{\AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Gambar 4.2 (d) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel 1,5% CTAB dengan  $2\theta$  sebesar  $22,8913^\circ$ , FWHM sebesar  $9,33^\circ$  dan  $d$ -spacing  $3,88180\text{\AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Gambar 4.2 (e) menunjukkan

difraktogram XRD untuk sampel 2% CTAB dengan  $2\theta$  sebesar  $22,1907^\circ$ , FWHM sebesar  $9,97^\circ$  dan  $d$ -spacing  $4,00275 \text{ \AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*.

Puncak difraksi pada sampel penambahan CTAB 1%, 1,25%, 1,5%, 1,75%, dan 2% hampir sama yaitu pada  $2\theta = 21,6652^\circ$  dan  $2\theta = 22,8913^\circ$ , dimana puncak-puncak tersebut menunjukkan fasa *crystalite*. Tinggi puncak difraksi mengalami penurunan dengan bertambahnya konsentrasi CTAB, serta bertambahnya konsentrasi CTAB membuat lebar setengah puncak difraksi bertambah. Hal ini menunjukkan semakin besar konsentrasi CTAB pada pembuatan silika mesopori maka silika mesopori semakin bersifat amorf. Adapun  $d$ -spacing sampel diatas terletak diantara  $3,8818 \text{ \AA}$  hingga  $4,09864 \text{ \AA}$ , maka material tersebut dapat diidentifikasi sebagai silika mesopori MCM-41 berdasarkan voegtlin, dkk., (1997) yang menyatakan bahwa material silika mesopori MCM-41 memiliki puncak difraksi antara  $2\theta = 21^\circ$  hingga  $23^\circ$  dan  $d$ -spacing pada rentang  $3,50$  hingga  $3,94 \text{ \AA}$ . Hal ini diperkuat dengan penelitian Wanyika, dkk (2011) yang menyebutkan hasil *Wide angle X-ray diffraction* (WAXRD) dalam kisaran  $2\theta = 17^\circ$  hingga  $30^\circ$  menunjukkan jarak antar pori yang teratur, yang merupakan salah satu karakteristik dari silika mesopori.



**Gambar 4. 3** Difraktogram dari Sampel (a) *Piroxicam*, Silika (b) 1% CTAB, (c) 1,25% CTAB, (d) 1,5 % CTAB, (e) 1,75% CTAB, (f) 2% CTAB

Gambar 4.3.(a) Menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel *piroxicam* standar, dengan tiga puncak difraksi tertinggi di  $2\theta$  sebesar 14,3460, 17,5433, dan 27,2508. Sedangkan Gambar 4.3 (b), (c), (d), (e), (f) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel Silika dengan variabel penambahan konsentrasi CTAB yang dienkapsulasi dengan *piroxicam*. Gambar 4.3 (b) difraktogram XRD untuk sampel silika 1%CTAB/PX dengan  $2\theta$  sebesar 21,1102° dan  $d$ -spacing 4.2086 Å berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*. Selain difraktogram silika muncul difraktogram dengan  $2\theta$  sebesar 26,0962 dengan  $d$ -spacing 3.41227Å menunjukkan adanya kristal *piroxicam* pada sampel tersebut. Gambar 4.2 (c) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel silika 1,25%CTAB/PX dengan  $2\theta$  sebesar 21,8920°, dan  $d$ -spacing 4,0567 Å berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa

*cristobalite*. Selain itu pada difaktogram  $2\theta$  sebesar  $17,7493^\circ$  yang menunjukkan adanya kristal *piroxicam* pada sampel. Gambar 4.2 (d) difraktogram XRD untuk sampel 1,5% CTAB/PX dengan  $2\theta$  sebesar  $21,6652^\circ$  dan  $d$ -spacing  $4,09864 \text{ \AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Selain itu pada difaktogram  $2\theta$  sebesar  $17,7977^\circ$  menunjukkan adanya kristal *piroxicam* pada sampel.

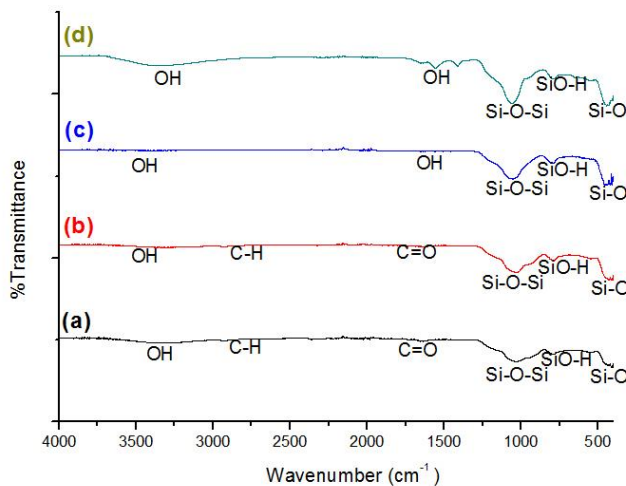
Gambar 4.2 (E) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel silika 1,75%CTAB/PX dengan  $2\theta$  sebesar  $22,8913^\circ$ , dan  $d$ -spacing  $3.88180 \text{ \AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Selain itu pada difaktogram  $2\theta$  sebesar  $11,8477^\circ$ , dan  $17,7685^\circ$  menunjukkan adanya kristal *piroxicam* pada sampel. Gambar 4.2 (f) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel silika 2%CTAB/PX dengan  $2\theta$  sebesar  $22,1907^\circ$ , dan  $d$ -spacing  $4,00275 \text{ \AA}$  berdasarkan PDF card ICDD #00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *cristobalite*. Selain itu pada difaktogram  $2\theta$  sebesar  $17,8001^\circ$  menunjukkan adanya kristal *piroxicam* pada sampel.

Adapun untuk sampel 1,25%CTAB/PX, 1,5%CTAB/PX, 1,75%CTAB/PX, dan 2%CTAB/PX menunjukkan puncak difraksi pada kisaran  $2\theta$  sebesar  $11^\circ$ ,  $17^\circ$  dan  $26^\circ$  yang dapat diidentifikasi sebagai puncak difraksi *piroxicam*. Penelitian sebelumnya menyatakan bahwa proses pembentukan kokristal menyebabkan perubahan pola XRD yang akan memperlihatkan beberapa puncak yang baru dan perubahan *peak* yang mengindikasikan terbentuknya formasi kokristal (Triani, 2012). Sehingga hasil karakteristik hasil XRD pada penelitian ini sesuai dengan penelitian yang ada.

## 4.2 Hasil Uji Fourier Transform Infrared (FTIR)

Gugus fungsi dari hasil uji FTIR untuk semua sampel ditunjukkan pada Tabel 4.4. Pada sampel sekam padi (Gambar 4.3 (a) ) terdapat puncak dengan bilangan gelombang  $430,88 \text{ cm}^{-1}$ ,  $786,31 \text{ cm}^{-1}$ , dan  $1031,38 \text{ cm}^{-1}$  merupakan pita vibrasi tekukan Si-O, pita vibrasi peregangan asimetri SiO-H, dan pita vibrasi

peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si. Adanya gugus fungsi Si-O, SiO-H, dan Si-O-Si menunjukkan adanya unsur silika pada sekam padi. Pada gelombang  $1627,28\text{ cm}^{-1}$  dan  $2906,32\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita vibrasi tekuk C=O dan pita vibrasi regangan C-H, gugus fungsi C=O menunjukkan adanya hemiselulosa dan lignin (Chuai, dkk., 2001) dan gugus fungsi C-H menunjukkan adanya senyawa organik yang menyusun sekam padi (Chandra, dkk., 2012).



**Gambar 4. 4** Spektra Hasil Uji FTIR (a) Sekam Padi, (b) Sekam Padi dengan Perlakuan *Leaching* HNO<sub>3</sub> (c) RHA, dan (d) Silika Hasil Ekstraksi.

Sehingga adanya puncak difraksi selulosa pada hasil XRD terkonfirmasi dengan munculnya gugus fungsi C=O dan C-H pada hasil uji FTIR yang juga menunjukkan adanya selulosa didalam sekam padi. Terakhir gelombang  $3330,36\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita vibrasi regangan -OH. Gugus fungsi -OH dari Si-OH merupakan vibrasi dari ikatan hidrogen. Kemunculan puncak tersebut menunjukkan adanya adsorpsi air (Yusmaniar, 2004).

Pada Gambar 4.3 (b) spektrum FTIR sekam padi setelah mengalami proses *leaching*  $\text{HNO}_3$  memiliki puncak gelombang untuk pita vibrasi Si-O, SiO-H, Si-O-Si, C=O, C-H, dan -OH yang sama dengan hasil uji sampel sekam padi. Hal ini menunjukkan pada proses *acid leaching* tidak terjadi reaksi dengan masing-masing gugus fungsi, sejalan dengan hal tersebut hasil uji XRD juga menunjukkan tidak terjadi perubahan yang signifikan pada puncak difraksi selulosa, yang mengindikasikan tidak terjadi perubahan struktur yang signifikan pada sekam padi.

Pada spektrum hasil uji FTIR sampel RHA (Gambar 4.3 (c)) terdapat puncak dengan bilangan gelombang  $438.74 \text{ cm}^{-1}$ ,  $795,4 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1053,37 \text{ cm}^{-1}$ ,  $3413,86 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita vibrasi Si-O, SiO-H, Si-O-Si dan Si-OH. Tidak terdapat spektra di kisaran  $1600 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2900 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa proses dekomposisi telah menghilangkan unsur karbon dari sekam padi sehingga yang tersisa hanya silika amorf. Sejalan dengan hal tersebut pada hasil uji XRD juga tidak ditemukan puncak difraksi selulosa. Sehingga terdapat korelasi antara data XRD dan juga FTIR dari sekam padi hingga menjadi RHA.

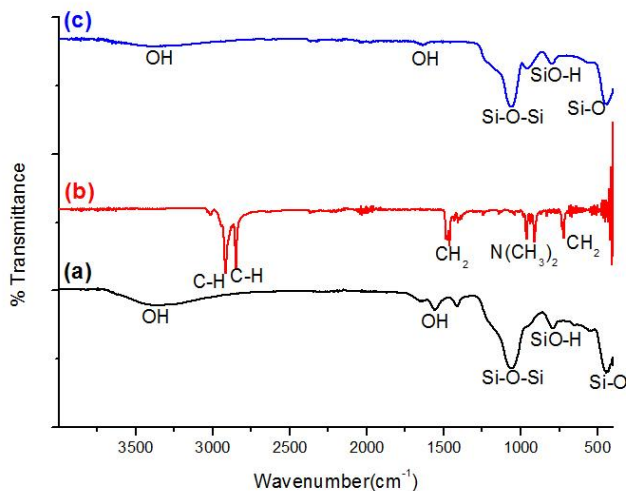
Selanjutnya pada silika hasil ekstraksi memiliki spektrum FTIR (Gambar 4.3 d)  $447.22 \text{ cm}^{-1}$  merupakan pita vibrasi tekukan Si-O,  $793,31 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi peregangan simetris SiO-H,  $1054.75 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si,  $1412,88 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi tekuk SiO-H,  $1637,14 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi O-H dari air yang terabsorpsi, dan  $3407,93 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi regangan Si-OH. Pada silika ekstraksi tidak terjadi perubahan gugus fungsi, hal ini dikarenakan pada proses sol-gel dari RHA ke silika ekstaksi tidak terdapat reaksi yang menyebabkan struktur kimia silika amorf berubah.

**Tabel 4. 1** Gugus Fungsi pada Sampel Sekam Padi, *Leaching* RHA, dan Silika Ekstraksi

Sampel	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi	Keterangan
Sekam padi	430,88	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	786,31	SiO-H	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1031,38	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1627,28	C=O	Pita vibrasi tekuk C=O
	2906,32	C-H	Pita vibrasi regangan C-H
	3341,89	-OH	Pita vibrasi regangan -OH
Sekam padi leaching HNO <sub>3</sub>	433,27	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	791,45	SiO-H	Peta vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1043,01	Si-O-Si	Peta vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1626,34	C=O	Pita vibrasi tekuk C=O
	2906,23	C-H	Pita vibrasi regangan C-H
	3330,36	-OH	Pita vibrasi

Sampel	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsi	Keterangan
			regangan –OH
RHA RHA	438,74	Si-O	Peta vibrasi tekukan Si-O
	795,04	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1053,37	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	3413,86	-OH	Pita vibrasi regangan –OH
Silika Ekstraksi	447,72	Si-O	Peta vibrasi tekukan Si-O
	796,31	SiO-H	Peta vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1054,75	Si-O	Peta vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1412,88	SiO-H	Pita vibrasi tekuk SiO-H
	1637,14	O-H	Pita vibrasi O-H, dari air yang terabsorbsi
	3407,93	-OH	Pita vibrasi regangan –OH





**Gambar 4. 5** Spektrum FTIR (a) Silika Ekstraksi, (b) CTAB, (c) Silika CTAB 2%

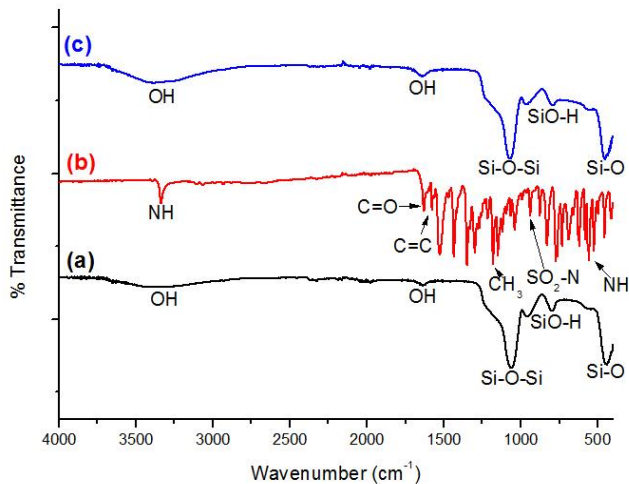
Pada Gambar 4.4 (a) terdapat grafik spektrum untuk sampel silika ekstraksi dengan pita vibrasi terletak 447,72 cm<sup>-1</sup>, 796,31cm<sup>-1</sup>, 1054,75cm<sup>-1</sup>,1412,88 cm<sup>-1</sup>,1637,14 cm<sup>-1</sup>, dan 3407,93 cm<sup>-1</sup> yang merupakan pita vibrasi dari gugus Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, SiO-H, dan Si-OH. Pada Gambar 4.4 (b) terdapat grafik dengan pita vibrasi terletak pada 718,79 cm<sup>-1</sup>, 911,15 cm<sup>-1</sup>, 1461,87 cm<sup>-1</sup>, dan 2848,39 cm<sup>-1</sup> yang merupakan pita vibrasi dari gugus -CH<sub>2</sub>-, N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, -CH-. Pada sampel silika 2% CTAB tidak ditemukan gugus -CH<sub>2</sub>-, N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, ataupun -CH- yang merupakan gugus fungsi dari CTAB. Adapun Pada Gambar 4.4 (c) terdapat grafik spektrum untuk sampel silika 2% CTAB dengan pita vibrasi terletak 440,14 cm<sup>-1</sup>, 796,41cm<sup>-1</sup>, 960,05 cm<sup>-1</sup>, 1058,21cm<sup>-1</sup>, 1537,05 cm<sup>-1</sup>, dan 3368,86 cm<sup>-1</sup> yang merupakan pita vibrasi dari gugus Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, SiO-H, dan Si-OH. Hal ini menunjukkan bahwa proses *reflux acid methanol* mampu menghilangkan CTAB sebagai kerangka pembentuk mesopori

silika. Dengan hilangnya CTAB maka akan meninggalkan pori pada struktur material silika. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Ervianto, dkk., (2018) yang dalam penelitiannya menjelaskan bahwa CTAB hilang setelah proses *reflux* menggunakan *methanol*.

**Tabel 4. 2** Tabel Gugus Fungsi pada Sampel Silika 2%CTAB dan CTAB

Sampel	Bilangan gelombang (cm-1)	Gugus fungsi	Keterangan
CTAB 2%	440,14	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	796,41	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H
	960,05	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1058,21	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1537,05	-OH	Pita vibrasi – OH, dari air yang terabsorbsi
	3368,86	-OH	Pita vibrasi regangan –Si-OH
CTAB	418,59	-CH <sub>2</sub> -	Pita vibrasi – CH <sub>2</sub> -

Sampel	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus fungsi	Keterangan
CTAB	718,79	-CH <sub>2</sub> -	Pita vibrasi – CH <sub>2</sub> -
	739,16	-CH <sub>2</sub> -	Pita vibrasi – CH <sub>2</sub> -
	911,15	N((CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	Pita vibrasi N((CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )
	960,31	N((CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	Pita vibrasi N((CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )
	1461,89	-CH <sub>2</sub> -	Pita vibrasi – CH <sub>2</sub> -
	1472,87	-CH <sub>2</sub> -	Pita vibrasi – CH <sub>2</sub> -
	2848,39	-CH-	Pita vibrasi – CH-
	2915,75	-CH-	Pita vibrasi – CH-



**Gambar 4. 6** Spektrum FTIR (a) Silika 2% CTAB, (b) *Piroxicam*, (c) Silika 2% CTAB/PX

Pada Gambar 4.4 (a) dapat dilihat grafik spektrum untuk sampel silika 2% CTAB dengan pita vibrasi terletak pada 440,14  $\text{cm}^{-1}$ , 796,41 $\text{cm}^{-1}$ , 960,05  $\text{cm}^{-1}$ , 1058,21  $\text{cm}^{-1}$ , 1537,05  $\text{cm}^{-1}$ , dan 3368,86  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan pita vibrasi dari gugus Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, SiO-H, dan Si-OH. Pada Gambar 4.4 (b) terdapat grafik dengan pita vibrasi terletak 770,94  $\text{cm}^{-1}$ , 1148,01  $\text{cm}^{-1}$ , 1348,52  $\text{cm}^{-1}$ , 1525,24  $\text{cm}^{-1}$ , 1628,23  $\text{cm}^{-1}$ , 3335,96  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan pita vibrasi dari gugus -NH, -SO<sub>2</sub>-N-, -CH<sub>3</sub>, C=C, NH<sub>2</sub>, C=O, -NH yang merupakan gugus fungsi dari *piroxicam*. Adapun pada Gambar 4.4 (c) terdapat grafik spektrum untuk sampel silika 2% CTAB/PX dengan pita vibrasi terletak pada 448,07  $\text{cm}^{-1}$ , 792,52  $\text{cm}^{-1}$ , 1065,67  $\text{cm}^{-1}$ , 1637,06  $\text{cm}^{-1}$ , 3391,22  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan pita vibrasi dari gugus Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, SiO-H. Spektrum FTIR silika 2% CTAB menunjukkan keberadaan pita vibrasi pada panjang gelombang 3386,86  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan Pita vibrasi regangan -OH pada

gugus silanol. Pada piroksikam terdapat pita vibrasi pada 3335,96  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan H pada gugus -NH. Pada sampel silika 2% CTAB/PX spektra pada pita vibrasi pada panjang gelombang 3368,86  $\text{cm}^{-1}$  turun secara signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa pada silika 2% CTAB/PX mayoritas gugus silanol dari silika mesopori berinteraksi dengan *piroxicam* dengan ikatan hidrogen (Ambrogi, dkk., 2007).

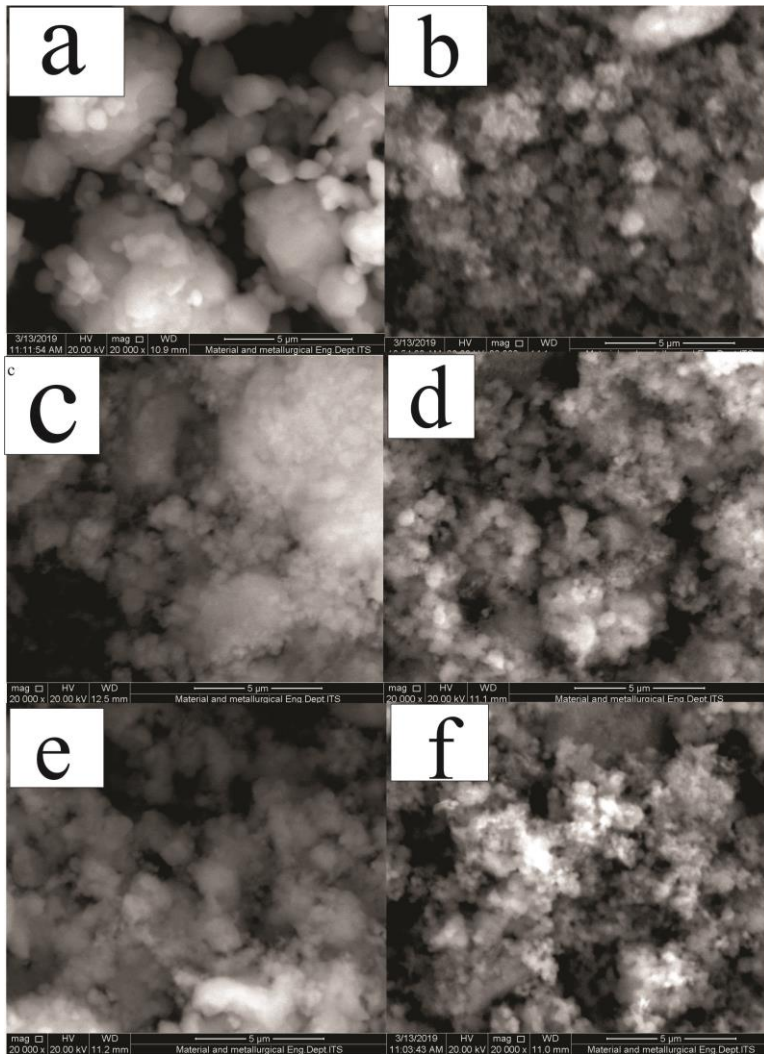
**Tabel 4. 3** Gugus Fungsi Silika 2% CTAB/PX dan *Piroxicam* Murni.

Sampel	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Keterangan
CTAB 2%- <i>Piroxicam</i>	448,07	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	792,52	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris Si-O pada Si-O-Si
	1065,67	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1637,06	-OH	Pita vibrasi tekuk -OH, dari Si-OH
	3391,22	-OH	Pita vibrasi regangan -OH pada -Si-OH
<i>Piroxicam</i>	770,94	-NH	Pita vibrasi gugus -NH
	1148,01	-SO <sub>2</sub> -N-	Pita vibrasi peregangan -SO <sub>2</sub> -N-
	1348,52	-CH <sub>3</sub>	Pita vibrasi peregangan sekunder -CH <sub>3</sub>
	1433,97	C=C	Pita vibrasi peregangan C=C

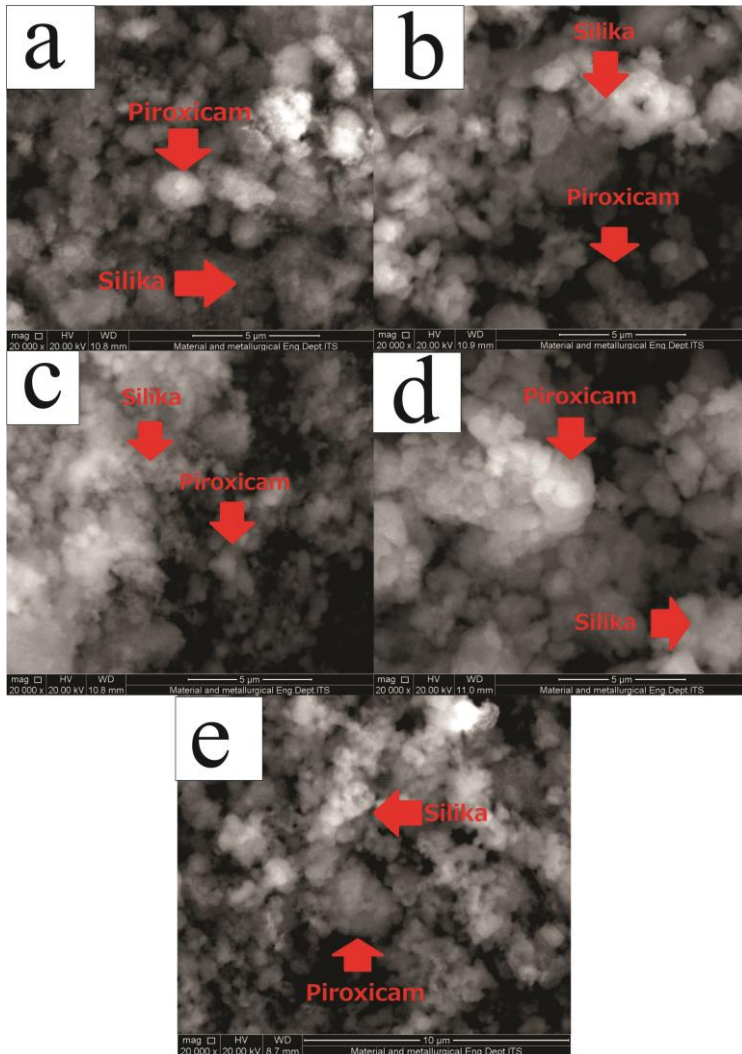
Sampel	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Keterangan
	1525,34	-NH <sub>2</sub>	Pita vibrasi peregangan sekunder -NH <sub>2</sub>
	1628,23	C=O	Pita vibrasi peregangan C=O
	3335.96	-NH	Pita vibrasi regangan -NH

#### 4.6 Hasil Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)

Adapun Gambar 4.7(a) menunjukkan morfologi *piroxicam* yang mempunyai bentuk partikel-partikel dengan sisi-sisi partikel yang lancip, hal ini sesuai dengan Nurjannah, dkk., (2017) yang menyatakan bahwa kristal *piroxicam* berbentuk runcing menyerupai jarum dengan permukaan kristal yang kasar. Gambar 4.7(b), 4.7(c), 4.7(d), 4.7(e), 4.7(f) menunjukkan hasil uji SEM pada silika dengan penambahan CTAB 1%, 1,25%, 1,5%, 1,75%, dan 2%. Silika dengan penambahan CTAB memiliki morfologi yang hampir sama. Berbentuk seperti bunga karang yang tersusun dari partikel-partikel kecil. Hal ini bersesuaian dengan hasil penelitian dari Raharjo, dkk., (2018) yang menyatakan bahwa morfologi silika mesopori menyerupai terumbu karang.



**Gambar 4. 7** Hasil Uji SEM (a) *Piroxicam*, Silika (b) 1% CTAB, (c) 1,25% CTAB, (d) 1,5% CTAB, (e) 1,75% CTAB, (f) 2% CTAB



**Gambar 4. 8** Hasil uji SEM dari (a) 1% CTAB/PX, (b) 1,25% CTAB/PX, (c) 1,5% CTAB/PX, (d) 1,75% CTAB/PX, (e) 2% CTAB/PX



Gambar 4.8(a), 4.8(b), 4.8(c), 4.8(d), 4.8(e), menunjukkan hasil uji SEM pada sampel silika dengan penambahan 1%CTAB/PX, 1,25%CTABPX, 1,5%CTAB/PX, 1,75%CTAB/PX, dan 2%CTAB/PX. Pada gambar terlihat partikel *piroxicam* yang mempunyai bentuk partikel-partikel dengan ujung lancip, yang diselimuti silika mesopori yang terlihat berbentuk partikel-partikel kecil seperti terumbu karang Menurut Abrogio,dkk., (2007) partikel silika dan partikel *piroxicam* keduanya tidak bereaksi secara kimia membentuk senyawa baru akan tetapi partikel-partikel tersebut berikatan dengan ikatan hidrogen. Hasil uji SEM ini berkorelasi dengan hasil XRD dimana pada uji XRD ditemui puncak difraksi yang merupakan difraksi dari kristal *piroxicam*, serta berkorelasi juga dengan hasil FTIR dimana pada hasil uji FTIR tidak ditemui gugus fungsi baru melainkan turunnya puncak gelombang pada rentang  $3330\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan tanda adanya ikatan hidrogen antara partikel silika dan partikel *piroxicam*.

#### 4.5 Hasil Uji Nitrogen Adsorption-Desorption Isotherm

Hasil uji *nitrogen adsorption-desorption isotherms* pada sampel silika dengan penambahan 1,75% CTAB, 2% CTAB, 1%CTAB/PX, 1,5%CTAB/PX, dan 1,75%CTAB/PX. Ditunjukkan pada Tabel 4.4 Pada sampel hasil uji *nitrogen-desorption isotherms* pada sampel silika dengan penambahan 1,75%CTAB, menunjukkan luas permukaan sebesar  $585,13\text{ m}^2/\text{g}$  ukuran diameter pori rata-rata  $7.85\text{ nm}$  dengan volume total  $1,15\text{ cc/g}$ . Adapun pada sampel hasil uji *nitrogen-desorption isotherms* pada sampel silika 1,75%CTAB/PX menunjukkan luas permukaan sebesar  $1844,39\text{ m}^2/\text{g}$  ukuran diameter pori rata-rata  $4,31\text{ nm}$  dengan volume total  $1,99\text{ cc/g}$

Jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, Abrogio dkk., (2007) menyimpulkan bahwa penambahan *piroxicam* pada silika mesopori membuat luas permukaan dari silika mesopori mengalami penurunan. Pada penelitian ini hasil yang didapatkan berbeda dari penelitian Abrogio, dkk., (2007) dimana pada sampel

silika mesopori yang ditambahkan *piroxicam* luas permukaannya menjadi lebih luas.

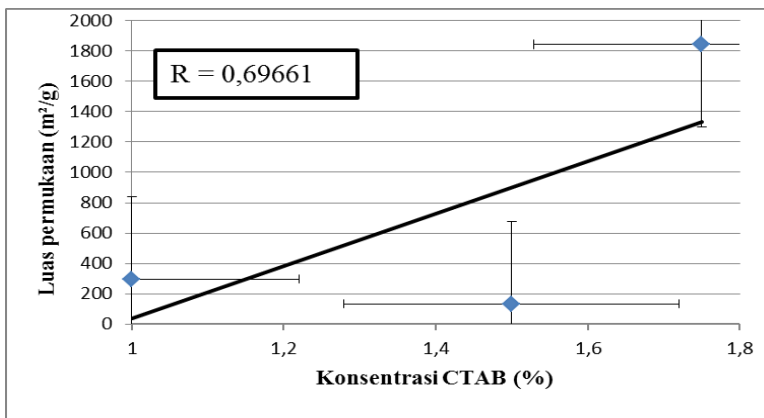
Penyimpangan terhadap hasil BET terjadi dikarenakan 4 hipotesa yaitu pertama sampel yang digunakan terlalu sedikit, kedua material terlalu kecil sehingga ada massa yang hilang ketika udara bertekanan dimasukkan, ketiga yaitu preparasi dari alat yang kurang baik dan yang terakhir yaitu temperatur operasi yang digunakan. Pada proses pengujian BET terdapat dua proses utama yaitu proses *degassing* dan proses *analizing*. Proses *degassing* adalah proses preparasi sampel untuk menghilangkan zat – zat pengotor yang terdapat pada sampel. Pada proses ini udara dimasukkan dengan temperatur berkisar 300°C. Adapun *piroxicam* mulai terdekomposisi di temperatur 200°C, dari proses *degassing* dengan temperatur 300°C dapat ditarik hipotesa bahwa proses ini menyebabkan *piroxicam* yang terdapat pada silika mesopori terdekomposisi sehingga berkurang atau bahkan hilang. Sehingga hasil pengujian yang dilakukan tidak bersesuaian dengan penelitian sebelumnya.

Pada pengujian BET analisa yang dilakukan adalah identifikasi enkapsulasi *piroxicam* pada pori-pori silika yang diindikasikan dengan pengurangan luas permukaan spesifik BET setelah penambahan *piroxicam* (Abrogi, dkk., 2007). Oleh karena itu diperlukan pengujian yang lebih spesifik untuk menganalisa morfologi pori silika yang dimasuki oleh *piroxicam* misalnya pengujian *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Adapun pada sampel 1%CTAB/PX, 1,5%CTAB/PX, dan 1,75%CTAB/PX mempunyai luas permukaan, ukuran diameter pori rata – rata dan total volume pori yang dapat disajikan dalam Tabel 4.4

**Tabel 4. 4** Luas Permukaan, Ukuran Diameter Pori dan Total Volume Pori.

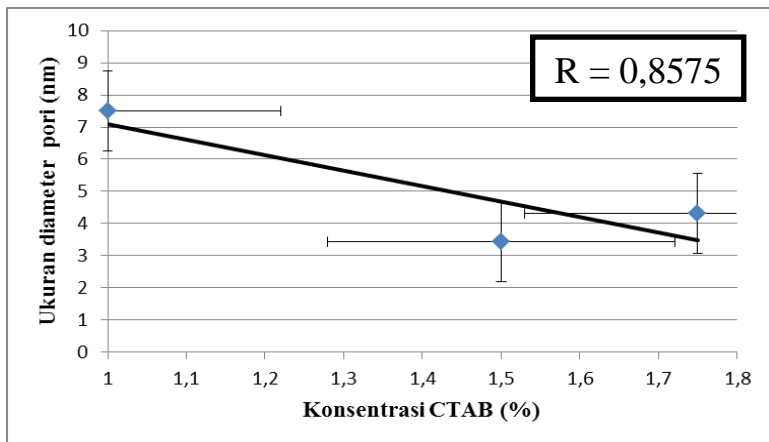
No	Nama sampel	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran diameter pori rata-rata (nm)	Total volume pori (cc/g)
1	1,75%CTAB	585,13	7,85	1,15
2	2%CTAB	464,10	6,42	0,745
3	1%CTAB/PX	296,07	7,50	1,14
4	1,5%CTAB/PX	132,66	3,43	1,34
5	1,75%CTAB/PX	1844,39	4,31	1,989

Adapun grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap luas permukaan silika mesopori yang dienkapsulasi dengan *piroxicam* adalah sebagai berikut:



**Gambar 4. 9** Grafik Pengaruh CTAB terhadap Luas Permukaan Silika Mesopori dengan Penambahan *Piroxicam*.

Data luas permukaan pada sampel silika dengan penambahan 1% , 1,5%, dan 1,75%CTAB setelah mengalami penambahan *piroxicam* menunjukkan kecenderungan peningkatan luas permukaan (Gambar 4.9). Konsentrasi CTAB yang bertambah membuat jumlah *template* yang terbentuk semakin banyak sehingga jumlah pori yang terbentuk juga meningkat. Hal ini sesuai dengan penelitian Yun-yu, dkk (2012) yang menunjukkan dengan bertambahnya konsentrasi CTAB akan meningkatkan luas permukaan dari mesopori silika yang dihasilkan.. Adapun grafik pengaruh penambahan CTAB terhadap ukuran diameter pori rata – rata adalah sebagai berikut :

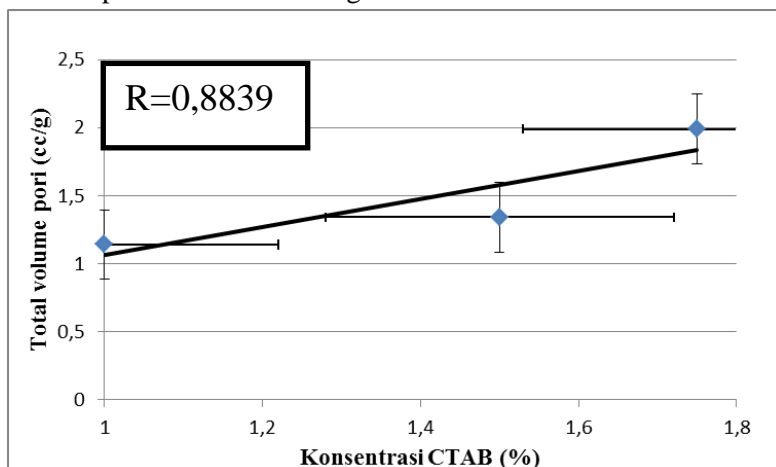


**Gambar 4. 10** Grafik Pengaruh CTAB terhadap Diameter Pori Rata-Rata Silika Mesopori dengan Penambahan *Piroxicam*.

Data ukuran diameter pori rata-rata pada sampel silika yang terenkapsulasi *piroxicam* dengan penambahan CTAB 1% , 1,5% dan 1,75% mengalami penurunan (Gambar 4.10). Vazquez, dkk (2017) pada penelitiannya menyatakan penambahan konsentrasi CTAB menunjukkan berkurangnya ukuran pori tetapi

meningkatkan luas permukaan silika mesopori. Hal ini diperkuat dengan penelitian Ervianto, dkk (2018) yang menyatakan bahwa meningkatnya konsentrasi CTAB akan menurunkan ukuran diameter pori. Pada pencampuran silika mesopori dengan *piroxicam* tidak ada reaksi kimia yang terjadi (Abrogi, dkk., 2007), sehingga pada penambahan *piroxicam* dengan konsentrasi yang sama, akan diikuti oleh kecenderungan ukuran diameter pori yang semakin kecil.

Adapun grafik pengaruh penambahan CTAB terhadap volume pori-rata adalah sebagai berikut:



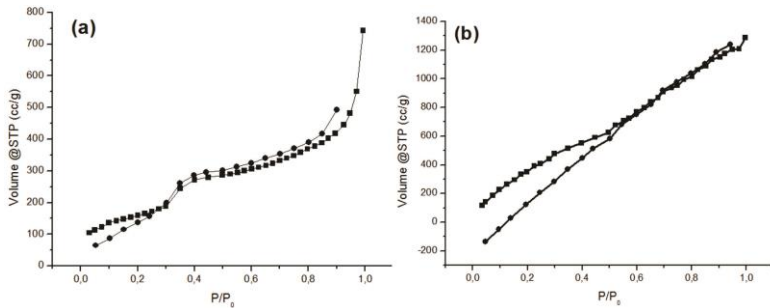
**Gambar 4. 11** Grafik Pengaruh CTAB terhadap Total Volume Pori Rata-Rata Silika Mesopori dengan Penambahan *Piroxicam*.

Data volume total pori dari sampel silika mesopori dengan konsentrasi CTAB 1%, 1,5%, dan 1,75% yang terenkapsulasi *piroxicam*. Menunjukkan kecenderungan total volume pori yang mengalami kenaikan (Gambar 4.11). Hasil ini menunjukkan kesamaan dengan penelitian Ervianto, dkk (2018) yang menyatakan bahwa penambahan konsentrasi CTAB menyebabkan kenaikan volume pori. Juga sejalan dengan

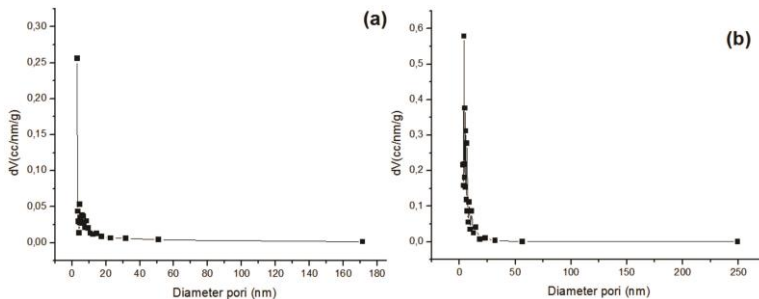
penelitian Vazquez, dkk., (2017) yang menunjukkan kecenderungan semakin luas permukaan spesifik maka volume pori juga akan naik.

Kurva *nitrogen adsorption-desorption* pada sampel  $\text{SiO}_2$  dengan penambahan 1,75%CTAB, 1,75%CTAB/PX ditunjukkan pada Gambar 4.13. Kurva 1,75% CTAB (Gambar 4.13 (a)) memiliki bentuk mirip dengan kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* IUPAC tipe IV. Kurva tipe IV sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis, hal ini merupakan ciri khas dari padatan berpori. Selain itu kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* memiliki kemiripan dengan hasil penelitian Ervianto, dkk., (2018) kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* bertipe IV, dimana terjadi efek histeresis pada  $p/p_0 = 0.2-0.4$ .

Pada kurva silika dengan penambahan 1.75%CTAB dan *piroxicam* (Gambar 4.13 (b)) terjadi efek penyimpangan, dimana pada awal terjadinya adsorpsi, dan akhir terjadinya desorpsi mengalami pelebaran, hal ini dikarenakan selain terdapat padatan berpori juga terdapat padatan *piroxicam* di sampel tersebut, sehingga kurva yang terbentuk merupakan kurva campuran antara kurva tipe IV yang merupakan kurva material berpori dengan kurva tipe III yang merupakan kurva padatan tidak berpori. Hal ini didukung pada hasil uji SEM yang menunjukkan struktur silika mesopori dan padatan berbentuk bulat yang merupakan kristal *piroxicam*.



Gambar 4. 12 Kurva *Nitrogen Adsorbtion-Desorbtion Isotherms* Silika dengan Penambahan (a) 1,75%CTAB, (b) 1,75%CTAB/PX



Gambar 4. 13 Kurva Persebaran Ukuran Pori (BJH *Adsorbtion*) Silika dengan Penambahan (a) 1,75%CTAB, (b) 1,75%CTAB/PX

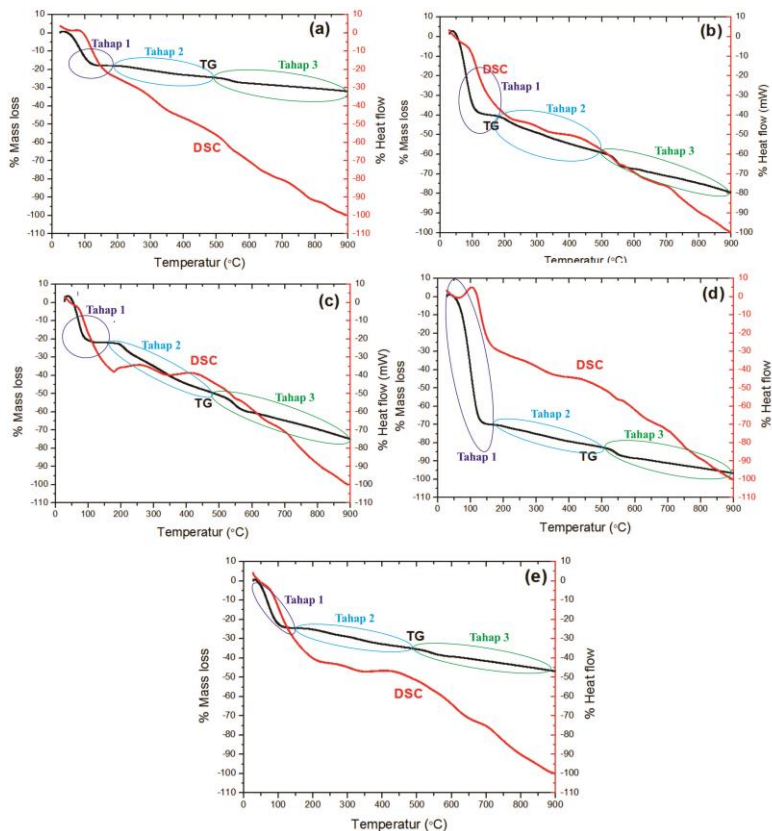
Gambar 4.13 Menunjukkan persebaran ukuran pori (BJH *adsorbtion*) pada sampel 1,75%CTAB (Gambar 4.13 a), dan 1.75%CTAB/PX (Gambar 4.13 b). Pada sampel 1,75%CTAB persebaran ukuran porinya adalah pada diameter pori 4.12 nm. Sedangkan Pada sampel 1,75%CTAB/PX persebaran ukuran porinya adalah pada diameter pori 3,59 nm. Dari data menunjukkan sampel silika dengan penambahan 1,75%CTAB dan penambahan 1,75%CTAB/PX mempunyai persebaran pori pada diameter 3 nm sampai dengan 4 nm. Hal ini menunjukkan pada material mesopori yang dihasilkan ukuran porinya seragam, sehingga hasil yang didapatkan sebelum dan sesudah penambahan *piroxicam* rata-rata diameter porinya tidak berbeda jauh.

Penambahan surfaktan CTAB menyebabkan terbentuk pori yang lebih seragam. Dalam penelitiannya Mokaya (2003) menjelaskan mesopori silika tipe MCM-41 memiliki ukuran pori dan bentuk pori yang seragam. Hal disebabkan oleh penggunaan surfaktan sebagai pembentuk pori pada material. Panjang dari rantai surfaktan berpengaruh terhadap ukuran pori. Sehingga dengan penggunaan 1 jenis surfaktan akan memberikan ukuran pori yang seragam.

#### 4.4 Hasil Uji Termogravimetri

Adapun uji termografimetri digunakan untuk menganalisa kapasitas enkapsulasi silika terhadap *piroxicam*. Dekomposisi termal *piroxicam* pada lingkungan nitrogen dibagi menjadi dua tahapan dengan temperatur inisiasi 198°C. Pada tahap pertama bagian utama molekul obat, yaitu sulfamide, amida, cincin benzena, dan cincin piridin, terdekomposisi secara simultan membentuk molekul yang mudah tergasifikasi dan residu yang berupa senyawa karbon. Tahap pertama dimulai pada temperatur 194.9°C yang mengindikasikan bahwa *piroxicam* meleleh sebelum terjadinya pirolisis, mengalami pengurangan massa hingga pada puncaknya di temperatur 248.10°C dan berakhir di temperatur 400°C (Wu, dkk.,2018).





**Gambar 4. 14** Kurva Hasil Pengujian Termogravimetri (a). MCM-41 CTAB 1%/PX, (b) MCM-41 CTAB 1.25%/PX, (c) MCM-41 CTAB 1.50%/PX, (d) MCM-41 CTAB 1.75%/PX, (e) MCM-41 CTAB 2%/PX

Pada tahap pertama termal pirolisis terdiri dari oksidasi intramolekular dan intermolekular yang ditandai dengan pengurangan massa. Pada tahapan kedua terjadi proses pirolisis terhadap residu yang berupa senyawa karbon pada temperatur 480°C sampai dengan 650°C yang ditandai dengan penurunan massa pada temperatur tersebut (Wu, dkk., 2018).

Pada penelitian ini bahan yang terdekomposisi adalah pelarut yang teradsorpsi pada sampel yaitu, *asetonitril* dengan titik didih 81,6°C, *dichloromethane* dengan titik didih 40,1°C, Molekul air dengan temperatur didih 100°C, (MSDS Merck, 2018), *piroxicam* dengan titik lebur 201,4°C (Santosh, 2015), Sementara silika tidak mengalami dekomposisi karena mempunyai titik didih 1.710°C dan titik lebur 2.330°C (MSDS Merck, 2018). Lebih lanjut Abrogi, dkk.,(2007) melakukan penelitian tentang peningkatan disolusi rata-rata *piroxicam* didalam pelarut campuran *asetonitril* dan *dichloromethane*, dalam penelitiannya terdapat tiga kali tahapan pengurangan massa yaitu pengurangan massa pada temperatur antara 100-110°C dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat hilangnya material yang teradsorpsi, pengurangan massa antara 200-400°C dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat degradasi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa dari temperatur 550°C sampai akhir diidentifikasikan sebagai dekomposisi akhir dari *piroxicam*.

Pada hasil uji ini terdapat tiga pengurangan massa pada masing masing sampel Silika CTAB/PX. Antara lain pada sampel silika 1%CTAB/PX (Gambar 4.9 (a)) dengan massa sampel 13,288 mg terjadi pengurangan massa pada rentang temperatur 100-200°C sebesar 18,1% yang dapat diidentifikasikan sebagai pengurangan massa akibat hilangnya molekul yang teradsorpsi, kedua pengurangan massa pada rentang temperatur antara 200-500°C sebesar 6,095% yang dapat diidentifikasikan sebagai dekomposisi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa pada rentang temperatur 500-900°C sebesar 7,37% yang dapat diidentifikasikan sebagai pengurangan massa akibat dekomposisi *piroxicam* tahap akhir sehingga dapat disimpulkan bahwa jumlah *piroxicam* yang terenkapsulasi didalam nanopartikel silika 1%CTAB sebesar 13,47 %.

Pada sampel silika CTAB 1.25%/PX (Gambar 4.9 (b)) dengan massa sampel 4,7168 mg terjadi pengurangan massa pada rentang temperatur 100-200°C sebesar 42% yang dapat

diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat hilangnya molekul yang teradsorpsi, kedua pengurangan massa pada rentang temperatur antara 200-500°C sebesar 17,26% yang dapat diidentifikasi sebagai dekomposisi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa pada rentang temperatur 500-900°C sebesar 20,25% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa tahap akhir sehingga dapat disimpulkan bahwa jumlah *piroxicam* yang terenkapsulasi didalam nanopartikel silika 1.25% CTAB sebesar 37.5 %.

Pada sampel silika 1.5CTAB/PX (Gambar 4.9 (c)) dengan massa sampel 4,343 mg terjadi pengurangan massa pada rentang temperatur 100-200°C sebesar 30% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat hilangnya molekul yang teradsorpsi, kedua pengurangan massa pada rentang temperatur antara 200-500°C sebesar 20,72% yang dapat diidentifikasi sebagai dekomposisi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa pada rentang temperatur 500-900°C sebesar 44,66% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa tahap akhir sehingga dapat disimpulkan bahwa jumlah *piroxicam* yang terenkapsulasi didalam nanopartikel silika 1.5%CTAB sebesar 44,66 %.

Pada sampel silika 1.75%CTAB/PX (Gambar 4.9 (d)) dengan massa sampel 6,773 mg terjadi pengurangan massa pada rentang temperatur 100-200°C sebesar 71% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat hilangnya molekul yang teradsorpsi, kedua pengurangan massa pada rentang temperatur antara 200-500°C sebesar 11,50% yang dapat diidentifikasi sebagai dekomposisi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa pada rentang temperatur 500-900°C sebesar 25,73% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa tahap akhir sehingga dapat disimpulkan bahwa jumlah *piroxicam* yang terenkapsulasi didalam nanopartikel silika CTAB 1.75%CTAB sebesar 25,73 %.

Pada sampel silika 2%CTAB/PX (Gambar 4.9 (e)) dengan massa sampel 6,773 mg terjadi pengurangan massa pada

rentang temperatur 100-200°C sebesar 25,24% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa akibat hilangnya molekul yang teradsorpsi, kedua pengurangan massa pada rentang temperatur antara 200-500°C sebesar 10,34% yang dapat diidentifikasi sebagai dekomposisi *piroxicam* tahap pertama, dan pengurangan massa pada rentang temperatur 500-900°C sebesar 11,37% yang dapat diidentifikasi sebagai pengurangan massa tahap akhir sehingga dapat disimpulkan bahwa jumlah *piroxicam* yang terenkapsulasi didalam nanopartikel silika 2%CTAB sebesar 21.7%.

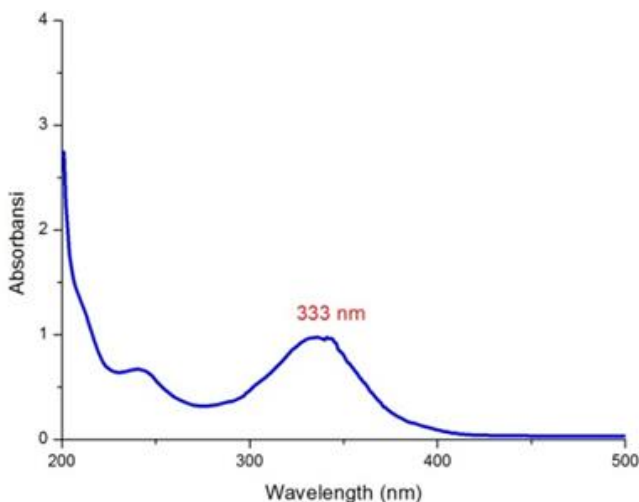
**Tabel 4. 5** Silika Mesopori dengan Kapasitas Enkapsulasi  
*Piroxicam*

No	Nama sampel silika mesopori	Kapasitas enkapsulasi <i>piroxicam</i> (%)
1	CTAB 1%/PX	13,47%
2	CTAB 1,25%/PX	37,5%
3	CTAB 1,5%/PX	44,66%
4	CTAB 1,75%/PX	25,73%
5	CTAB 2%/PX	21,7%

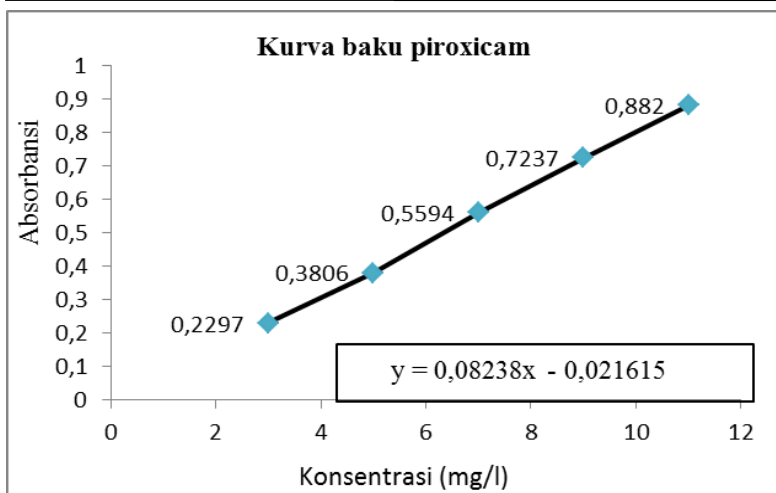
#### 4.3 Hasil Uji Spektrofotometri UV-Vis

Pengujian UV-Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang dari *piroxicam* pada medium disolusi cairan simulasi asam lambung. Hasil pengujian uv-vis menunjukkan *piroxicam* pada larutan simulasi cairan lambung memiliki panjang

gelombang maksimum sebesar 333 nm (Gambar 4.6). Hal ini sesuai penelitian yang telah dilakukan oleh Ambrogi, dkk.,(2007) yang menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum dari *piroxicam* pada media disolusi simulasi cairan asam lambung tanpa pepsin adalah 333 nm. Panjang gelombang maksimum dari larutan *piroxicam*, digunakan sebagai pembuat kurva kalibrasi dengan menentukan nilai absorbansi larutan *piroxicam* dari berbagai kadar. Lalu dibuat kurva dengan metode regresi linier. Adapun referensi absorbansi *piroxicam* dari berbagai kadar diambil dari penelitian Nurjannah (2017). Dari data tersebut dibuat kurva baku *piroxicam* sebagaimana Gambar 4.15.



**Gambar 4. 15** Panjang Gelombang Maksimum *Piroxicam* Hasil Uji Uv-Vis



**Gambar 4. 16** Kurva Baku *Piroxicam*.

Berdasarkan Gambar 4.16 tersebut didapatkan persamaan regresi linier yaitu  $y = 0.08238x - 0.021615$  dengan koefisien korelasi yang hampir mendekati satu yaitu  $R = 0.99972$ . Dimana  $y$  menunjukkan nilai absorbansi dan  $x$  menunjukkan besar konsentrasi *piroxicam* yang terlarut (mg/l).

Pengujian fotokatalis dilakukan dengan memberikan perlakuan disolusi pada Sampel silika 1% CTAB/PX, 1,25% CTAB/PX, 1,5% CTAB/PX, 1,75%CTAB/PX dan 2%CTAB/PX menggunakan metode dayung dengan variasi pengambilan sampel 5, 10, 15, 30, 45 dan 60 menit. Data nilai absorbansi dari semua sampel setelah dilakukan pengujian uv-vis ditunjukkan seperti pada Tabel 4.6

**Tabel 4. 6** Nilai Absorbansi Larutan *Piroxicam*.

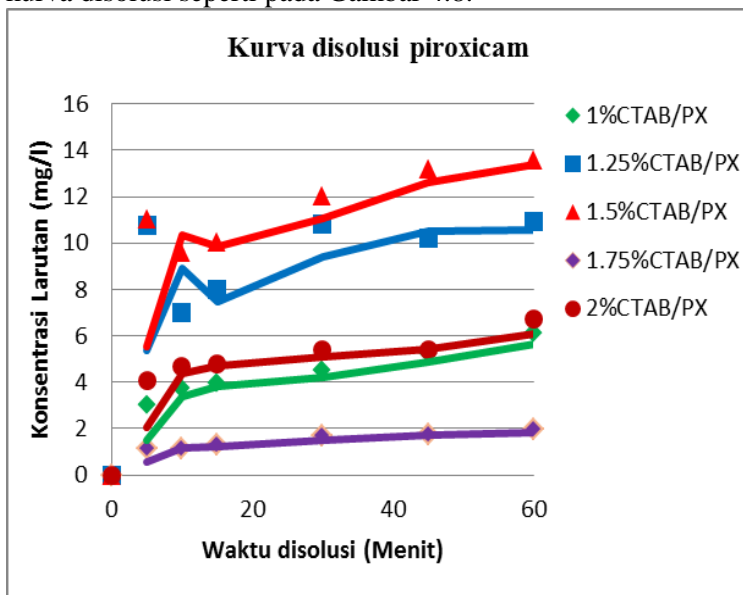
Sampel silika	Nilai absorbansi					
	Lama disolusi (menit)					
	5	10	15	30	45	60
Silika 1%CTAB/PX	0,23	0,29	0,30	0,35	0,41	0,48
Silika 1,25%CTAB /PX	0,87	0,56	0,64	0,87	0,82	0,88
Silika 1,5%CTAB/P X	0,89	0,77	0,81	0,97	1,07	1,1
Silika 1,75%CTAB /PX	0,07	0,07	0,09	0,12	0,12	0,14
Silika 2%CTAB/PX	0,32	0,36	0,37	0,43	0,42	0,53

Kemudian dengan memasukkan nilai absorbansi dari masing – masing katalis kedalam persamaan regresi linier  $y = 0,08238x - 0,021615$  maka akan didapatkan nilai konsentrasi dari larutan *piroxicam* dari masing – masing sampel yang ditunjukkan seperti pada Tabel 4.7.

**Tabel 4. 7** Konsentrasi Larutan *Piroxicam*.

Sampel	Konsentrasi <i>piroxicam</i> (mg/l)					
	Lama disolusi (menit)					
	5	10	15	30	45	60
Silika 1%CTAB/PX	3.03	3.73	3.95	4.51	5.20	6.1
Silika 1.25%CTAB/PX	10.78	7.01	7.97	10.7	10.20	10. 9
Silika 1.5%CTAB/PX	11.04	9.62	9.62	12.0	13.20	13. 6
Silika 1.75%CTAB/PX	1.14	1.14	1.14	1.68	1.72	1.9 5
Silika 2%CTAB/PX	4.09	4.68	4.76	4.76	5.42	6.7

Selanjutnya data tersebut digunakan untuk membuat kurva disolusi seperti pada Gambar 4.8.



**Gambar 4. 17** Kurva Disolusi *Piroxicam*.

Gambar 4.17 merupakan kurva disolusi *piroxicam* yang menggambarkan kemampuan masing-masing sampel silika untuk melepaskan *piroxicam* pada simulasi cairan lambung tanpa pepsin. Pada Gambar 4.17 dapat kita amati bahwa sampel silika 1%CTAB/PX dapat melepaskan *piroxicam* pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45 dan 60 dengan konsentrasi berturut-turut sebesar 3,03 mg/l, 3,37 mg/l, 3,95 mg/l, 4,51 mg/l, 5,20 mg/l dan 6,08 mg/l. Sampel silika 1,25%CTAB/PX dapat melepaskan *piroxicam* pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, dan 60 dengan konsentrasi sebesar 10,78 mg/l, 7,01 mg/l, 7,97 mg/l, 10,7 mg/l, 10,20 mg/l, dan 10,91 mg/l.

Sampel MCM-41 CTAB 1,5%/PX dapat melepaskan *piroxicam* pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, dan 60 dengan



konsentrasi sebesar 11,04 mg/l, 9,62 mg/l, 9,62 mg/l , 12,0 mg/l, 13,20 mg/l dan 13,6 mg/l. Sampel silika 1,75%CTAB/PX dapat melepaskan *piroxicam* pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, dan 60 dengan konsentrasi sebesar 1,14 mg/l, 1,14 mg/l, 1,14 mg/l , 1,68 mg/l, dan 1,95 mg/l. Sampel MCM-41 CTAB 2%/PX dapat melepaskan *piroxicam* pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, dan 60 dengan konsentrasi sebesar 4,09 mg/l, 4,68 mg/l, 4,76 mg/l , 5,42 mg/l, dan 6,72 mg/l.

Gambar 4.17 menunjukkan adanya kesesuaian dengan penelitian Nurjannah, dkk., (2017) dimana semakin lama waktu disolusi maka konsentrasi obat yang terlarut semakin meningkat. Sampel Nanopartikel silika mesopori dalam hal ini bertindak sebagai material pengantar dari *piroxicam*, yang mampu membentuk ikatan hidrogen dengan molekul obat, sehingga meningkatkan kemampuan disolusi obat didalam cairan. Material pengantar obat dalam upaya peningkatan laju kelarutan harus memiliki sifat sebagai berikut; tidak toksik, dan inert secara farmakologi, dapat mudah larut dalam air, mampu berikatan secara nonkovalen contohnya ikatan hidrogen dengan obat, mampu meningkatkan kelarutan obat dalam air, kompatibel secara kimia dengan obat dan tidak membentuk ikatan kompleks dengan obat. (Mirza, dkk., 2008).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Adapun kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan adalah :

1. Pengaruh penambahan CTAB pada sintesis nanopartikel silika mesopori MCM-41 mampu meningkatkan luas permukaan, volume pori serta menurunkan diameter pori. Semakin tinggi luas permukaan silika mesopori maka semakin tinggi tingkat disolusi *piroxicam*.
2. Pada pengujian termogravimetri keseluruhan silika mesopori mempunyai kapasitas enkapsulasi dengan nilai paling tinggi adalah silika 1,5%CTAB yang mampu mengadsorbsi *piroxicam* sebanyak 44,66%. Sejalan dengan hal tersebut, pada uji disolusi silika 1,5%CTAB mempunyai kemampuan disolusi yang lebih baik daripada sampel lain yaitu, dengan kemampuan disolusi pada menit ke 5, 10, 15, 30, 45, 60 sebesar 11,04 mg/l, 9,62 mg/l, 9,62 mg/l , 12,0 mg/l, 13,20 mg/l dan 13,6 mg/l. Sehingga silika mesopori 1,5%CTAB dapat dijadikan sebagai material pengantar *piroxicam*.

#### **5.2 Saran**

Adapun saran yang dapat dari penelitian yang telah dilakukan adalah

1. Masih perlunya diteliti tentang variabel konsentrasi terhadap laju disolusi dari *piroxicam* agar diketahui secara detail dan menyeluruh tentang karakteristik silika mesopori sebagai material pengantar obat.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- B.L. Newalkar., S. Komarneni., H. Katsuki., 2000. "Rapid synthesis of mesoporous SBA-15 molecular sieve by a microwave-hydrothermal process". **Chem. Commun.** (2000) 2389-2390.
- Bakar, R. A., Yahya, R., Gana, S. N., 2016. "Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk". **Procedia Chemistry**, 19, 189-195
- Bikiaris, D.N., 2011. "Solid dispersions, part I: recent evolutions and future opportunities in manufacturing methods for dissolution rate enhancement of poorly water soluble drugs". **Expert Opin. Drug Deliv.** 8 (11), 1501-1519.
- Chandra, Andy., Miryanti, Arry., Widjaja, Livia Budyanto., Pramudita, Andika., 2012. **Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi**. Bandung : Universitas Katolik Prahayangan
- Chen, C.Y., Burkett, S.L., Li, H.X., Davis, M.E., 1993. "Studies on mesoporous materials. II. Synthesis mechanism of MCM-41". **Micropor. Mater.** 1993,2, 27-34
- De Lima, S., De Vasconcelos, R.P., Paiva, O.A., Cordeiro, G.C., Chaves, M., Toledo, R.D., Fairbairn, E., 2011. "Production of silica gel from residual rice husk ash". **Quim Nova** 34, 71-75.
- Dewijanti, Ratna. 1989. **Uji laju disolusi piroksikam dalam sistem disperse solida piroksikam-PVP K25**. Surabaya : Fakultas Farmasi Universitas Airlangga
- Dirjen POM. **Farmakope Indonesia Edisi V**. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 2014
- Ervianto Y, Purwaningsih H, Susanti D, Pratiwi VM. 2018. **Analisa Pengaruh Konsentrasi Cetyltrimethyl Ammonium Bromide sebagai Template terhadap Pembentukan Silika Mesopori MCM-41 dari Sekam Padi**. Surabaya: ITS.

- 
- Ghaly, A.E., Mansaray, K.G., 1999. "Comparative study on the thermal degradation of rice husk in various atmospheres". **Energy Sources** 21, 867–881
- Harsono, Heru.,2002. **Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. Jember** : Fakultas Matematika dan Ilmu Pen getahuan Alam. Universitas Negeri Jember
- Hartono, S. B., Gu, W. Y., Kleitz, F., Liu, J., He, L. Z., Middelberg, A. P. J., Yu, C. Z., Lu, G. Q., Qiao, S. Z.,2012. "Poly-L-lysine Functionalized Large Pore Cubic Mesostructured Silica Nanoparticles as Biocompatible Carriers for Gene Delivery". **ACS Nano** 2012, 6, 2104-2117
- Hindrayawati, N dan Alimuddin., 2010. "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH)". **Jurnal Kimia Mulawarman**. Vol. 7, No. 2. Hlm. 75-77.
- Jain, K. K.,2008. **Drug Delivery Systems**. Humana Press. p 1-254
- Jalali, Muhammad Barzegar. 2014. Development and Characterization of Solid Dispersion of Piroxicam for Improvement of Dissolution Rate Using Hydrophilic Carries". Iran: **Drug Applied Research Center**, Tabriz University of Medical Science
- Jambhrunkar, S., Yu, M., Yang, J., Zhang, J., Shrotri, A., Endo-Munoz, L., Yu, C.,2013. "Step wise Pore Size Reduction of Ordered Nanoporous Silica Materials at Angstrom Precision". Brisbane: **American Chemical Society**, 8444-8447.
- Jambhrunkar, Siddharth D. 2014. **Designer Mesoporous Silica Nano-carriers for Hydrophobic Drug Delivery with Enhanced Bioavailability**. Australian Institute for Bioengineering and Nanotechnology. Queensland : The University of Queensland Australia
- K. Joseph., R. Toledo., B. James., S. Thomas., L.H. Carvalho.,1999. "A review on sisal fiber reinforced
-

- 
- polymer Composites”. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental** 3 (1999) 367-379.
- K. Niesz, P. Yang, G. A. Somorjai., 2005 Sol-gel synthesis of ordered mesoporous alumina. **Chem. Commun.** 15(2005)1986–1987
- K.H. Qi, X.Q. Chen, Y.Y. Liu, J.H. Xin, C.L. Mak, W.A. Daoud, Facile preparation of anatase/SiO<sub>2</sub> spherical nanocomposites and their application in self-cleaning textiles, **J. Mater. Chem.** 17 (2007) 3504–3508
- Kirk, R.E., and Othmer.,1984. **Encyclopedia of Chemical Technology**. New York: Fouth Edition, Vol. 21, John Wiley and Sons, Inc.
- Kresge, C.T., Roth, W.J., 2013. “The discovery of mesoporous molecular sieves from the twenty year perspective”. **Chem. Soc. Rev.** 42 (9), 3663-3670
- Lee, S., Yun, H.-S., Kim, S.-H., “The comparative effects of mesoporous silica nanoparticles and colloidal silica on inflammation and apoptosis”. **Biomaterials** 2011, 32, 9434-9443
- Limnell, T., Santos, H. A., Makila, E., Heikkila, T., Salonen, J., Murzin, D. Y., Kumar, N., Laaksonen, T., Peltonen, L., Hirvonen, J.,2011. “Drug Delivery Formulations of Ordered and Nonordered Mesoporous Silica”. Comparison of Three Drug Loading Methods. **J. Pharm. Sci.** 2011, 100, 3294-3306
- Liou, Tzong-Horng., 2004. “Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk”. **Materials Science and Engineering A**364 (2004) 313–323
- Liu, T., Li, L., Teng, X., Huang, X., Liu, H., Chen, D., et al., 2011. Single and repeated dose toxicity of mesoporous hollow silica nanoparticles in intravenously exposed mice. **Biomaterials** 32 (6), 1657-1668
- Muniandy, L., Adam, F., Mohamed, A.R., Ng, E.P.,2014. “The synthesis and charac-terization of high purity mixed microporous/mesoporous activated carbon from rice husk
-

- 
- using chemical activation with NaOH and KOH”.  
**Microporous Meso-porous Mater.** 197, 316-323
- Nurfalah, Abdul Latif., Fahmi, Hendriawan., 2016. “Analisa Daya Serap Silika Gel Berbahan Dasar Abu Sekam Padi”.  
**Jurnal Ipteks Terapan** V10.i3 (176-182)
- Nuryono, 2004. **Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Peleburan Abu Sekam Padi Cara Basah**. Semarang: Undip
- Nuyah, Susilowati N., 2015. “Pemanfaatan Abu Sekam Padi sebagai Bahan Pengisi pada Pembuatan Tegel Karet”.  
**Jurnal Dinamika Penelitian Industri** Vol. 26 No. 2 Tahun 2015 Hal. 125-130
- Ouyang, D., Chen, K., 2003. “SEM/TEM study on the microstructure of rice husk ash and nano-SiO<sub>2</sub> in it”. J. **Chin. Electron Microsc. Soc.** 22, 390–394
- Purnawira B, Purwaningsih H, Susanti D, Pratiwi VM. 2018. **Analisa Pengaruh Konsentrasi Cetyltrimethyl Ammonium Chloride sebagai Template terhadap Pembentukan Silika Mesopori MCM-41 dari Sekam Padi**. Surabaya: ITS.
- Purwaningsih, D., 2009. “Adsorpsi Multi Logam Ag(I), Cr(III), Cu(II) dan Ni(II) pada Hibrida Etilendiaminosilika dari Abu Sekam Padi”. **Jurnal Penelitian Saintek**, 14 (1), 59-76
- Qu, F. Y., Zhu, G. S., Huang, S. Y., Li, S. G., Sun, J. Y., Zhang, D. L., Qiu, S. L., 2006. “Controlled release of Captopril by regulating the pore size and morphology of ordered mesoporous Silica”. **Micropor. Mesopor. Mat.** 2006, 92, 1-9
- Rahmat N, Abdullah A Z, Mohamed A R, “A review: Mesoporous Santa Barbara Amorphous-15, types, synthesis and its applications towards biorefinery production”, **American Journal of Applied Sciences** 7 (12) 1579-1586, 2010
-

- 
- Rele R.V. **Simple Spectrophotometric Methods for Determination of Piroxicam in Pharmaceutical Formulation**. India: D.G. Ruparel College, Matunga
- Simovic, S., Ghouchi-Eskandar, N., Sinn, A.M., Losic, D., Prestidge, C.A., 2011. "Silica materials in drug delivery applications". **Curr. Drug Discov. Technol.** 8 (3), 269-276
- Soleh, Muhammad., 2014. **Ekstraksi Silika Dari Sekam Padi Dengan Metode Pelarutan Dan Pengendapan Silika Serta Analisis EDX dan FTIR**. Bogor : Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam, Institut Pertanian Bogor
- Soltani, N., Bahrami, A., Pech-Canul, M.I., Gonzalez, L.A., 2015. "Review on the physico-chemical treatments of rice husk for production of advanced materials". **Chem. Eng. J.** 264, 899–935
- Sriyanti, Taslimah. Nuryono. Narsito., 2004. "Selektivitas Silika Gel Termodifikasi Gugus Tiol Untuk Adsorpsi Kadmium (II) dan Tembaga (II)". **Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004**. Semarang : FMIPA Undip.
- Sun, L., Gong, K., 2001. "Silicon-based materials from rice husks and their applications". **Ind. Eng. Chem. Res.** 40, 5861–5877
- T. Sanchez, P. Salagre, Y. Cesteros., 2013. "Ultrasounds and microwaveassisted synthesis of mesoporous hectorites". **Micropor. Mesopor. Mater.** 171 (2013) 24–34.
- T.H. Liou, C.C. Yang., 2011. "Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash". **Mater. Sci. Eng. B** 176 (2011) 521
- Tan, S.Y., Ang, C.Y., Li, P., Yap, Q.M., Zhao, Y., 2014. "Drug encapsulation and release by mesoporous silica nanoparticles: the effect of surface functional groups". **Chem. Eur. J.** 20 (36), 11276-11282
-



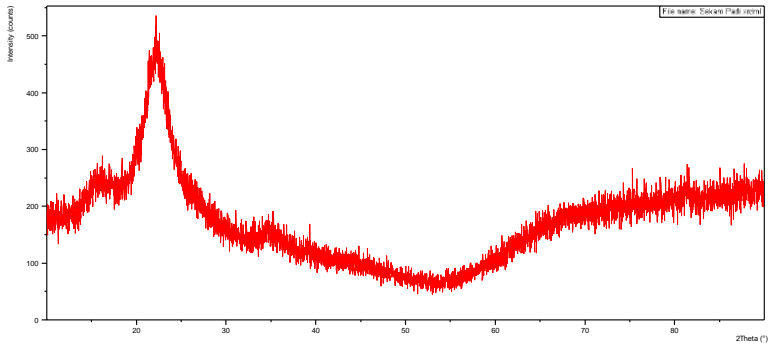
- 
- Tang, F., Li, L., Chen, D., 2012. "Mesoporous silica nanoparticles: synthesis, biocompatibility and drug delivery". **Adv. Mater.** 24(12):1504-1534
- Trewyn, B.G., Slowing, I.I., Giri, S., Chen, H.-T., Lin, V.S.Y., 2007. Synthesis and functionalization of a mesoporous silica nanoparticle based on the solgel process and applications in controlled release. **Acc. Chem. Res.** 40 (9), 846-853
- Triani, Fienda. 2012. **Pengaruh Metode Pembentukan Kokristal Terhadap Laju Pelarutan Karbamazepin Menggunakan Asam Suksinat sebagai Koformer.** Depok: Universitas Indonesia.
- Tribe NCfS. 1974. **Utilization and recycling of agricultural wastes/byproducts: A country Report.** New Delhi: Department of Science and Technology.
- Ugheoke, Iyagnagbe B., Otman,Mamat., 2012. " A Critical Assessment and New Research Directions of Rice Husk Silica Processing Methods and Properties". **Maejo Int. J. Sci. Technol.** 6(03), 430-448
- V. Ambrogi, L., Perioli, F., Marmottini, S., Giovagnoli, M., Esposito, C., Rossi.,2007. "Improvement of dissolution rate of piroxicam by inclusion into MCM-41 mesoporous silicate". **European journal of pharmaceutical sciences** 32 (2007)216–222
- Vallet-Regi, M., Ramila, A., del Real, R. P., Perez-Pariente.,2001. "J. A new property of MCM-41: Drug delivery system". **Chem. Mat.** 2001, 13, 308-311
- Vallhov, H.; Gabrielsson, S.; Stromme, M.; Scheynius, A.; Garcia-Bennett, A. E. Mesoporous silica particles induce size dependent effects on human dendritic cells. **Nano Lett.** 2007, 7, 3576-3582
- Van Speybroeck, M., Mellaerts, R., Mols, R., Do Thi, T., Martens, J. A., Van Humbeeck, J., Annaert, P., Van den Mooter, G., Augustijns, P.,2010. "Enhanced absorption of the poorly soluble drug fenofibrate by tuning its release rate
-

- 
- from ordered mesoporous silica”. **Eur. J Pharm. Sci.** 2010, 41, 623-630.
- Wang, Z., Chen, B., Quan, G., Li, F., Wu, Q., Dian, L., et al., 2012. Increasing the oral bioavailability of poorly water-soluble carbamazepine using immediate-release pellets supported on SBA-15 mesoporous silica. **Int. J. Nanomed.** 7 (1), 5807-5818
- Weiss, G., Knoch, A., Laicher, A., Stanislaus, F., Daniels, R., 1995. “Simple coacervation of hydroxypropyl methylcellulose phthalate (HPMCP) II”. Microencapsulation of Ibuprofen. **Int. J. Pharm.** 1995, 124, 97-105
- Xu, W., Riikonen, J., Lehto, V.-P., 2013. “Mesoporous systems for poorly soluble drugs”. **Int. J. Pharm.** 453 (1), 181-197
- Xu, W.T., Lo, T.Y., Memon, S.A., 2012. “Microstructure and reactivity of rich husk ash”. **Constr. Build. Mater.** 29, 541–547
- Y. Yao, M. Zhang, J. Shi, M. Gong, H. Zhang, Y. Yang., 2001. “Pancake-like  $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$  microstructures: Microwave-assisted hydrothermal synthesis, magnetic and photocatalytic properties”. **Mater. Letters** 48 (2001) 44–48
- Yalcin, N., and Sevinc, V., 2001. “Studies on silica obtained from rice husk”. **Ceramics International**. 2001; 27: 219-24
- Yang, P., Gai, S., Lin, J., 2012. “Functionalized mesoporous silica materials for controlled drug delivery”. **Chem. Soc. Rev.** 41 (9), 3679-3698
- Yu, T., Malugin, A., Ghandehari, H., 2011. “Impact of Silica Nanoparticle Design on Cellular Toxicity and Hemolytic Activity”. **ACS Nano** 2011, 5, 5717-5728
-

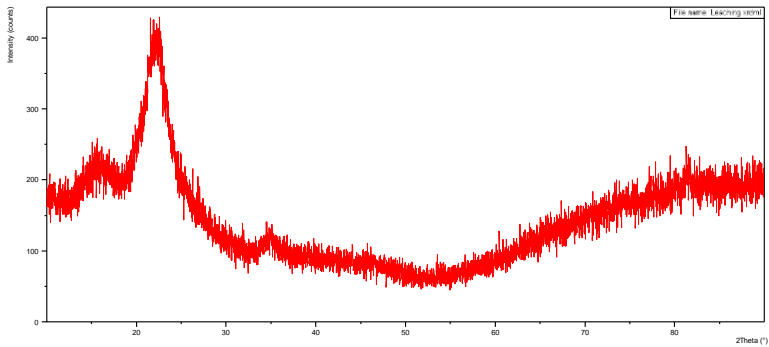
*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## Lampiran

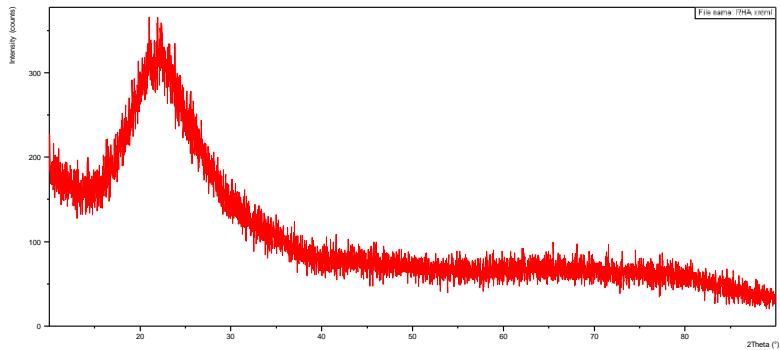
### 1. Difraktogram XRD Sekam Padi



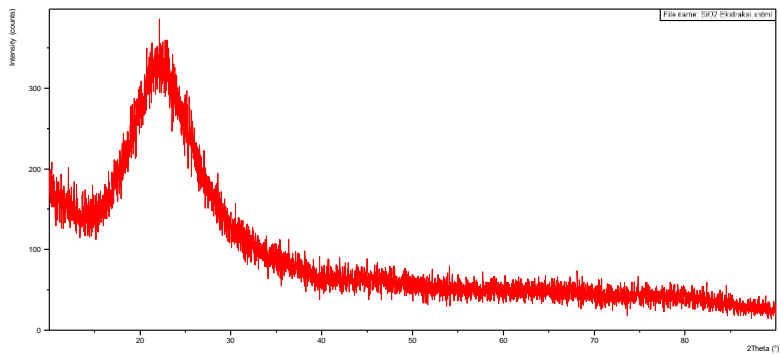
### 2. Difraktogram XRD Sekam Padi yang di *Leaching*



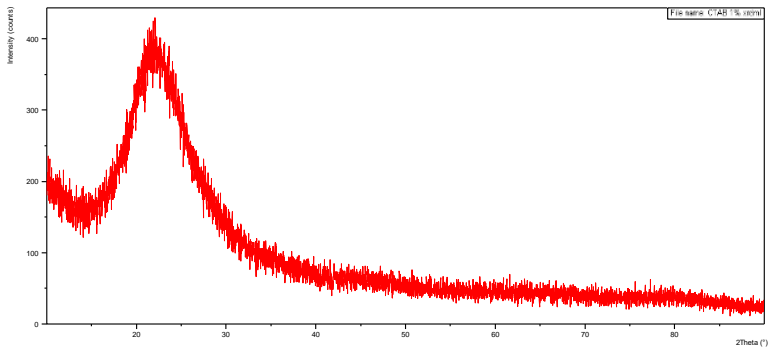
## 1. Difraktogram XRD RHA



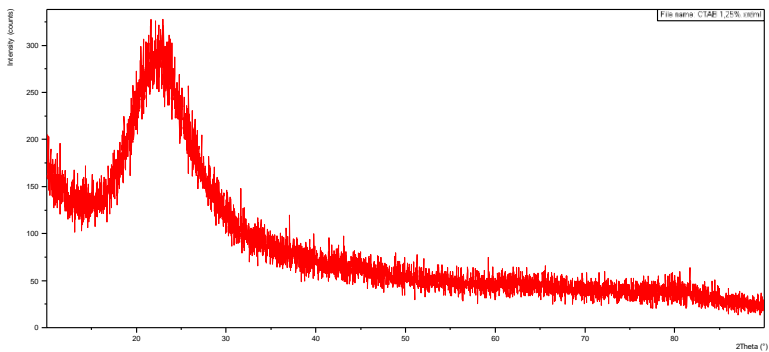
## 4. Difraktogram XRD Silika Hasil Ekstraksi



## 5. Difraktogram XRD 1%CTAB

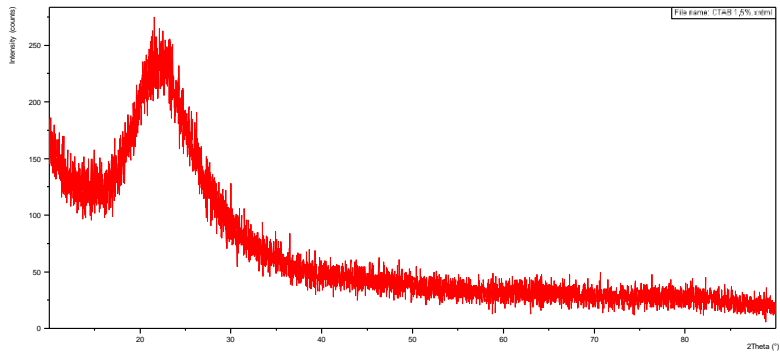


## 6. Difraktogram XRD 1.25% CTAB

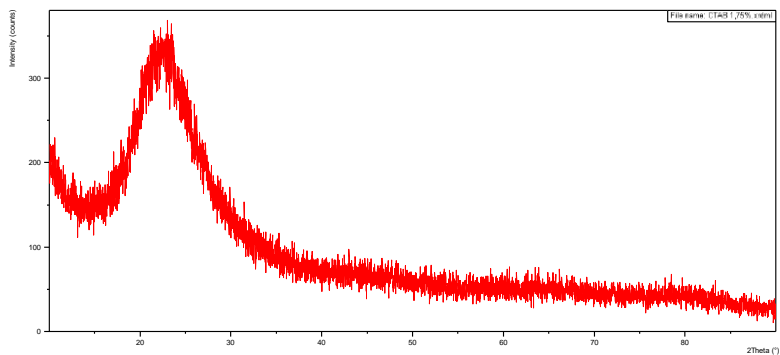


---

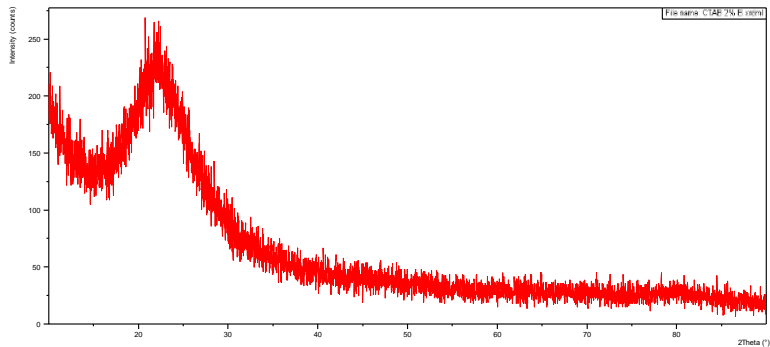
## 7. Difraktogram XRD 1.5%CTAB



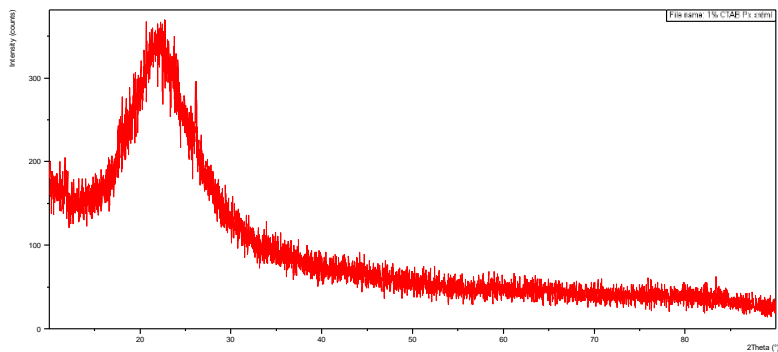
## 8. Difraktogram XRD 1.75%CTAB



## 9. Difraktogram XRD 2%CTAB



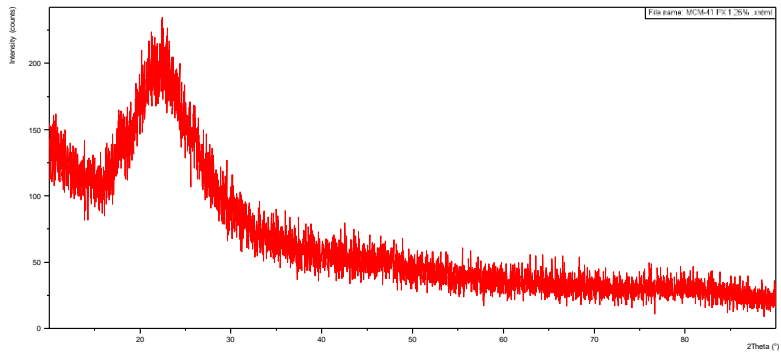
## 10. Difraktogram XRD 1%CTAB/PX



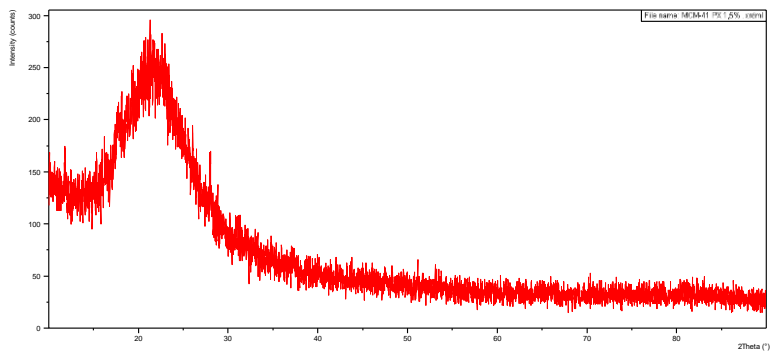


---

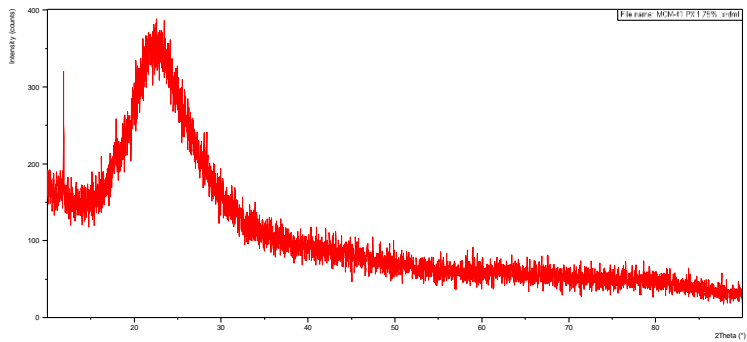
## 11. Difraktogram XRD 1.25%CTAB/PX



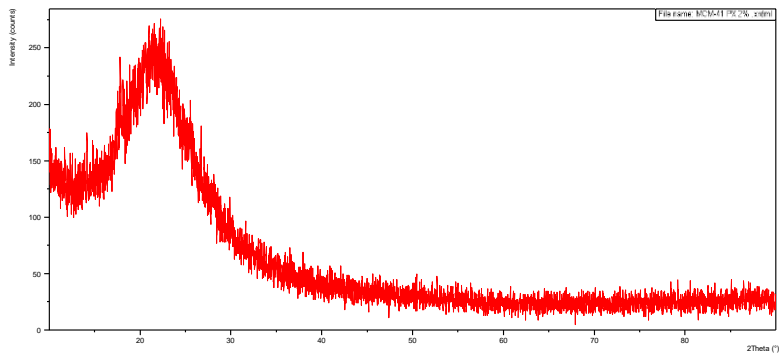
## 12. Difraktogram XRD 1.5%CTAB/PX



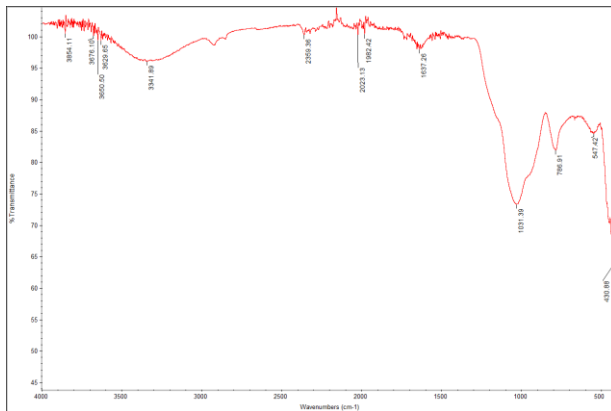
### 13. Difraktogram XRD 1.75 %CTAB/PX



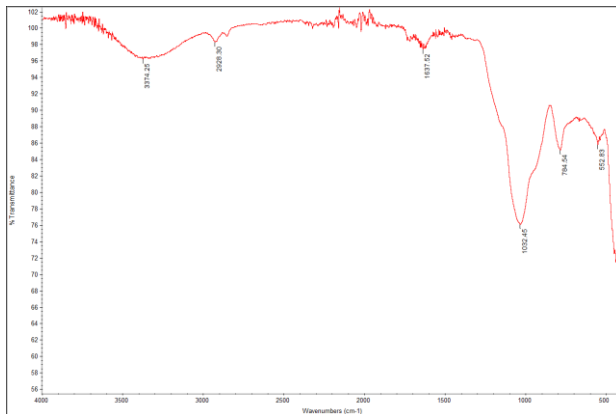
### 14. Difraktogram XRD 2%CTAB/PX



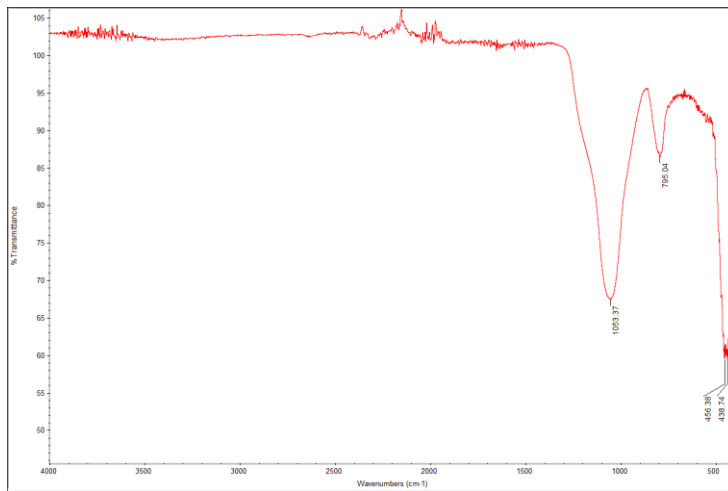
## 15. FTIR Sekam Padi



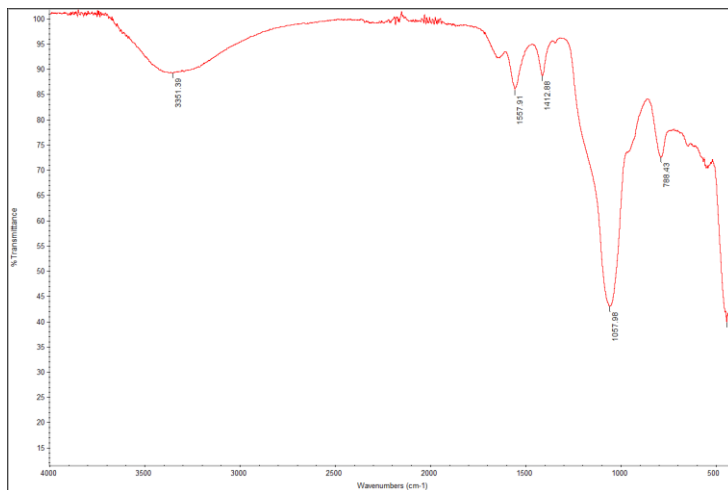
## 16. FTIR Sekam Padi Leaching HNO<sub>3</sub>



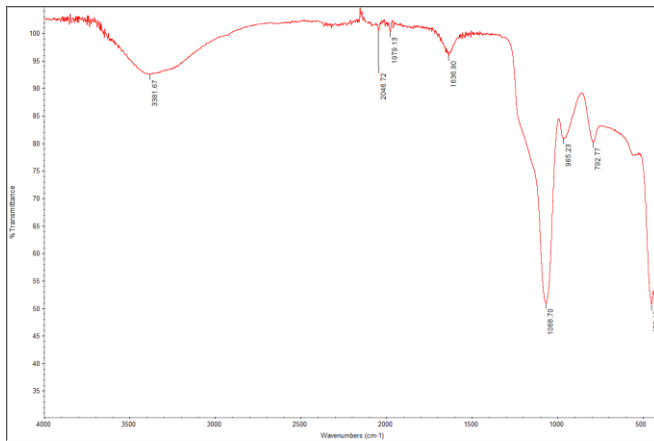
## 17. FTIR RHA



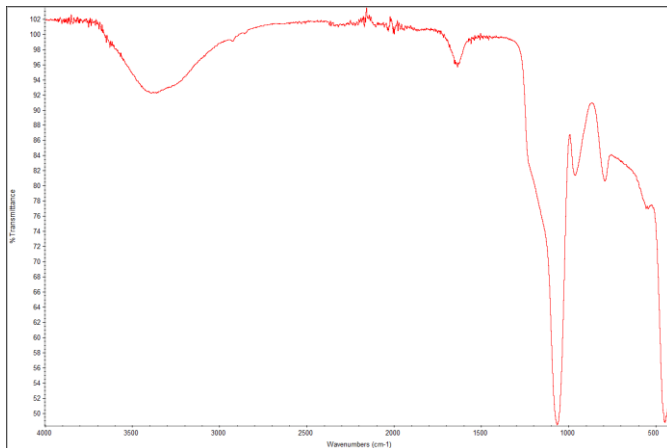
## 18. FTIR SiO<sub>2</sub>



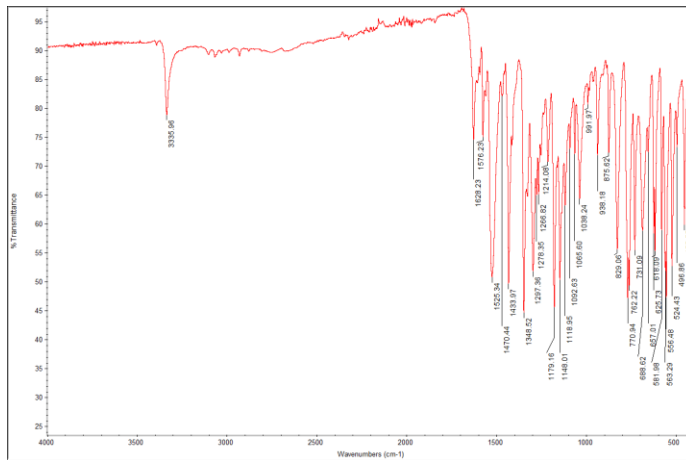
## 19. FTIR 2%CTAB



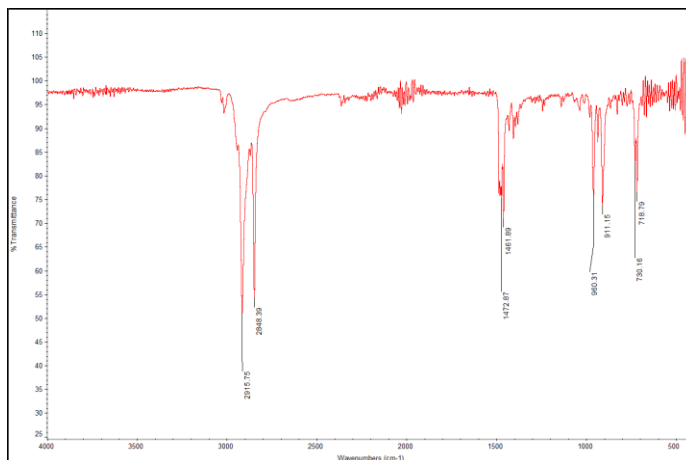
## 20. FTIR 2%CTAB/PX



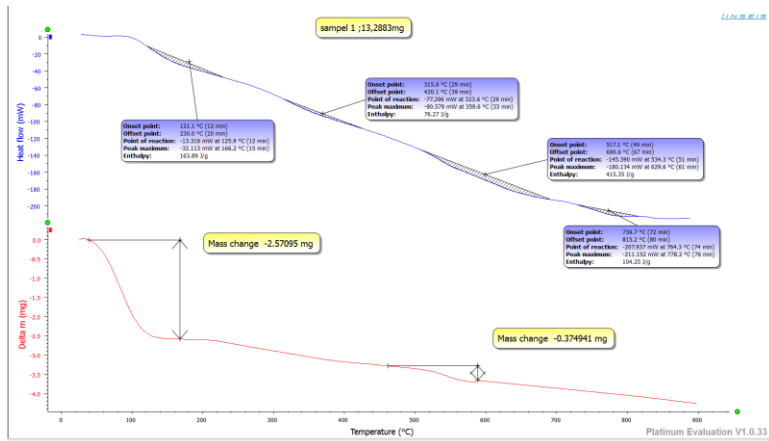
## 21. FTIR Piroxicam



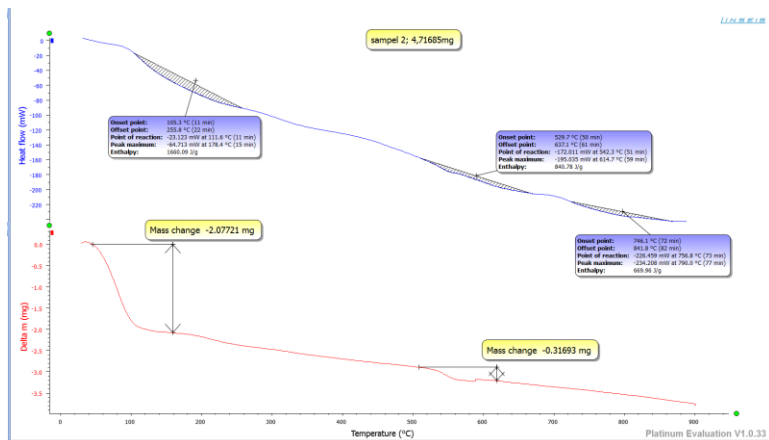
## 22. FTIR CTAB



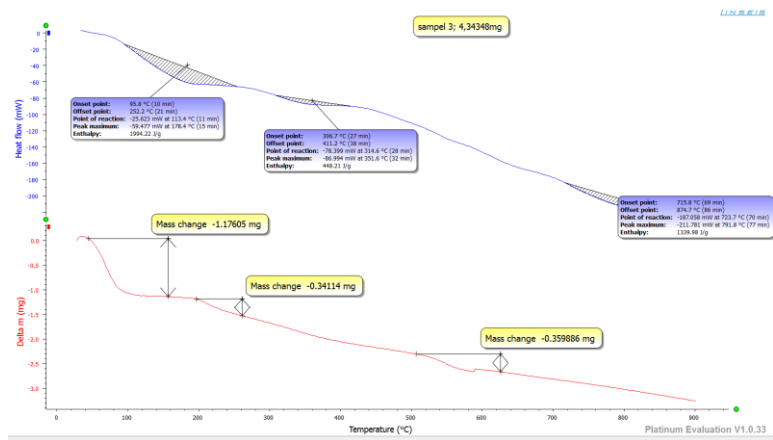
## 23. DSC-TGA 1%CTAB/PX



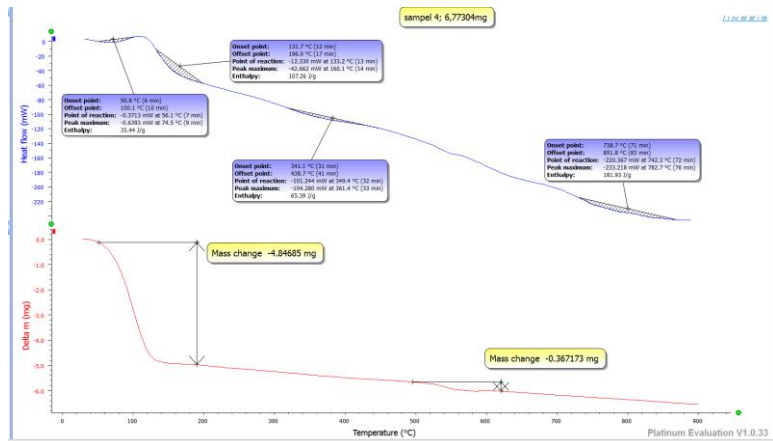
## 24. DSC-TGA 1.25%CTAB/PX



## 25. DSC-TGA 1.5%CTAB/PX

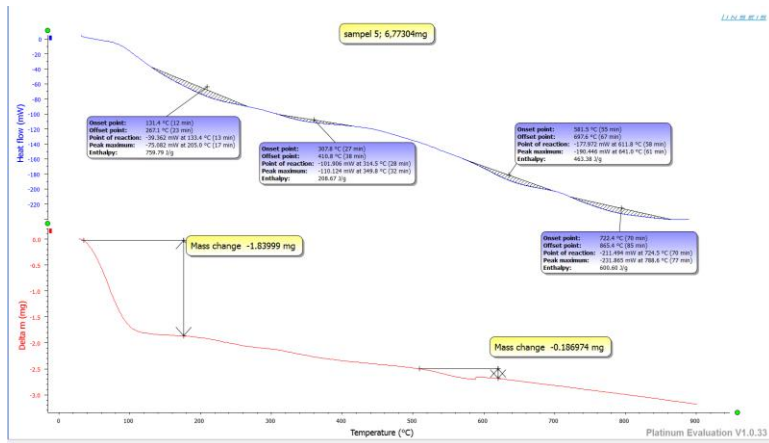


## 26. DSC-TGA 1.75%CTAB/PX





## 27. DSC-TGA 2%CTAB/PX



## 24. BET 1%CTAB/PX

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

Analysis Report  
Operator: ITS Date: 2019/05/16 Operator: ITS Date: 5/17/2019  
Sample ID: Diana Acha Filename: C:\QCdata\Physisorb\2019\19051601Silika PX CTAB 1 HRV.qps  
Sample Desc: Serbuk Comment: 16 Mei 2019  
Sample weight: 0.01894 g Sample Volume: 0.23922 cc  
Outgas Time: 3.0 hrs Outgas Temp: 300.0 C  
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K  
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)  
Analysis Time: 390.2 min End of run: 2019/05/16 17:14:07 Instrument: Nova Station A  
Cell ID: 30  
Adsorbate Nitrogen Temperature 77.350K  
Molec. Wt.: 28.013 g Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure P/Po	Volume @ STP cc/g	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
9.80080e-02	55.0399	1.5795e+00
1.51881e-01	74.4382	1.9249e+00
2.05636e-01	76.5418	2.7060e+00
2.49806e-01	87.1680	3.0565e+00
3.03415e-01	88.8827	3.9210e+00

BET summary  
Slope = 11.431  
Intercept = 3.313e-01  
Correlation coefficient, r = 0.989965  
C constant = 35.501  
Surface Area = 296.066 m<sup>2</sup>/g

## 25. BET 1.5%CTAB/PX

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2019/05/07	Operator: ITS	Date: 6/25/2019
Sample ID: Diana Acha	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2019\19050701\HRV-5-PX-CTAB 1.5 HRV.qps		
Sample Desc: serbuk	Comment: 07 Mei 2019		
Sample weight: 0.0043 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)			
Analysis Time: 480.5 min	End of run: 2019/05/07 19:40:48	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 28			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
P/Po	cc/g	
9.92940e-02	77.0943	1.1441e+00
1.54188e-01	70.5094	2.0686e+00
2.05403e-01	50.9570	4.0589e+00
2.54546e-01	39.7137	6.8795e+00
3.01388e-01	59.9480	5.7579e+00

BET summary  
Slope = 27.942  
Intercept = -1.689e+00  
Correlation coefficient, r = 0.924615  
C constant = -15.540

Surface Area = 132.655 m<sup>2</sup>/g

## 26. BET1.75%CTAB/PX

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2019/05/08	Operator: ITS	Date: 6/25/2019
Sample ID: Diana Acha	Filename: C:\QC\data\Physisorb\2019\19050702 HRV-SiO2-PX-CTAB 1.75 HRV.qps		
Sample Desc: serbuk	Comment: 07 Mei 2019		
Sample weight: 0.0084 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)			
Analysis Time: 434.9 min	End of run: 2019/05/08 5:10:17	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 32			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [ W((P <sub>o</sub> /P) - 1) ]
P/P <sub>o</sub>	cc/g	
9.75780e-02	226.9110	3.8127e-01
1.52971e-01	295.8468	4.8842e-01
1.97916e-01	350.9452	5.6256e-01
2.47338e-01	407.7162	6.4489e-01
2.99401e-01	477.4264	7.1619e-01

BET summary  
Slope = 1.660  
Intercept = 2.283e-01  
Correlation coefficient, r = 0.998022  
C constant = 8.271

Surface Area = 1844.387 m²/g

## 26. 1.75% CTAB

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2019/06/18	Operator: ITS	Date: 6/19/2019
Sample ID: Diana	Filename: C:\Q\data\Physisorb\2019\19061801 Silika CTAB 1,75% HRV.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 18 Juni 2019		
Sample weight: 0.01062 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 100.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)			
Analysis Time: 297.4 min	End of run: 2019/06/18 19:00:07	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 11			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [ W((P <sub>0</sub> /P) - 1) ]
P/P <sub>0</sub>	cc/g	
9.98160e-02	136.5708	6.4962e-01
1.51212e-01	147.8045	9.6438e-01
2.01140e-01	159.0103	1.2669e+00
2.50464e-01	172.0426	1.5541e+00
2.99573e-01	187.9621	1.8206e+00

BET summary

Slope =	5.879
Intercept =	7.273e-02
Correlation coefficient, r =	0.999711
C constant =	81.828

Surface Area = 585.128 m<sup>2</sup>/g

## 27. 2%CTAB

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction

for NOVA instruments

©1994-2007, Quantachrome Instruments

version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2019/05/16	Operator: ITS	Date: 5/16/2019
Sample ID: Acha Diana	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2019\19051501HRY-CTAB-2.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 15 Mei 2019		
Sample weight: 0.0079 g	Sample Volume: 0.60401 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) Equil time: 60/60 sec (ads/des) Equil timeout: 120/120 sec (ads/des)			
Analysis Time: 452.1 min		End of run: 2019/05/16 4:46:45 Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 34			
Adsorbate Nitrogen	Temperature 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [ W((P <sub>o</sub> /P) - 1) ]
P/P <sub>o</sub>	cc/g	
9.93320e-02	136.5913	6.4603e-01
1.53822e-01	132.1958	1.1002e+00
2.02551e-01	141.2309	1.4390e+00
2.51279e-01	152.1277	1.7651e+00
3.02285e-01	155.7298	2.2260e+00

### BET summary

Slope = 7.603  
Intercept = -9.947e-02  
Correlation coefficient, r = 0.998689  
C constant = -75.439

Surface Area = 464.104 m<sup>2</sup>/g

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan rasa terimakasih, agar bertahun-tahun lagi ketika saya membuka buku ini, saya mengingat jasa-jasa orang-orang yang saya sebut, dan untuk mengenang perjalanan saya selama kuliah serta usaha saya menyelesaikan tugas akhir. Terimakasih kepada:

1. Bapak Turmudi dan Ibu Napisatin serta kakak saya Miftahus Surur dan adik Aguk Trianto sumber motivasi penulis untuk terus berkembang dan berkarya.
2. Teman-teman satu jurusan yang telah kebersamai saya selama 4 tahun saya kuliah.
3. Teman –teman Lab. Kimia Material (Mbak Yeni, Wira, Rena, Ilham, Alfinus, Nikmah, Putro, David) yang telah menjadi kawan dalam berjuang untuk menyelesaikan tugas akhir ini.
4. Keluarga Etos Surabaya, Koordinator Wilayah, Pendamping, Action 2014 ( Abdi, Nardi, Badrut, Atho, Anam, Khusnul, Binti, Yeni, Riska, Disma, Rima, Yessi), Adhimukti 2015 (Yuda, Dimas, Azmi, Sholeh, Ari, Reza, Zuhro, Nopi, Enno, Yunis, Dwi, Wulan, Fira) Denbravo 2016 (Aang, Tamam, Viko, Syahid, Evi, Ayun dll), Dirga 2017 (Deni, Nailul, Jabal, Hasyim, Samsul, Wulan, Septi, Zulfa, Novi, Alisa, Devi), Hawariyyun 2018 (Azon, Lalu, Frendi, Vella, Utik dkk) yang telah menjadi rekan berjuang bersama-sama di Beastudi Etos, menjadi sumber inspirasi penulis dalam menjalani kehidupan di Surabaya. Semoga di tahun yang akan datang Allah SWT mengirimkan anugerahnya kepada saya dengan kabar satu persatu dari kalian telah menemukan kesuksesan di jalan masing –masing.
5. Keluarga Surya Buana Malang, Pengasuh, Ustadzah, Guru, Teman-teman SMA khususnya angkatan Gempita (Yuda, Nafis, Leli, Zahra, Aufar, Lia, Eka, Yayak, Azmi,



- 
- Fifi, Nahl), teman-teman pondok, yang telah memberikan dukungan saya baik moril maupun materiil.
6. Untuk guru-guru yang telah memberikan dukungan yang sangat bernilai dan selalu saya kenang Pak Suraji, Bu Supriatin, Bu Musarofah, Bu Masroin, Pak Rianto.
  7. Teman kontrakan (Madi, Yudi, Yuda, Elgy) yang telah kebersamai hari-hari saya di kontrakan beriman.
  8. Teman-Teman Etos-PTTEP (Reza, Sholeh, Fira, Angga, Iwi, Kris, Sobah, Deni, Zukhruf, Ceha, Riski, Avid, Wahid, Alif, Rafki, Eko, dll)
  9. Seluruh pihak yang belum saya sebutkan yang membantu saya baik moril maupun materiil.

## BIOGRAFI PENULIS



Penulis bernama Helmi Son Haji, dilahirkan di Blitar, 12 Mei 1996 dari pasangan Bapak Turmudi dan Ibu Napisatin. Penulis tinggal di Desa Tunjung Kecamatan Udanawu Kabupaten Blitar . Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan formal di SDN Tunjung 02(2003-2009), SMPN 1 Srengat (2009-2012), SMA Surya Buana Malang (2012-2015). Penulis merupakan mahasiswa aktif Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun masuk 2015.

Selama kuliah di ITS, penulis aktif mengikuti organisasi sebagai Staff Departemen Kaderisasi Ash Habul Kahfi 2016/2017, Staff Departemen Keilmuan JMMI ITS 2016/2017, Staff Departemen Sosial Desa Produktif Etos Surabaya 2016/2017, Kadek Kaderisasi LDJ Ash-Habul Kahfi 2017/2018, Ketua Desa Produktif Etos Surabaya 2017/2018. Penulis aktif dalam kegiatan lomba karya tulis ilmiah dan pernah meraih Juara II LKTIN SCIEFIC HMIT IPB Bogor 2016, Juara 1 LKTIN BEM UNU Blitar 2019, Juara Harapan III LKTIN Mukhlisin Hand USU 2017, dan beberapa kali menjadi finalis. Serta aktif dalam kegiatan pengembangan seperti *Sociopreneurcamp* 2017 dan *Future Leader Summit* 2018, semasa kuliah sarjana penulis merupakan *awardee* Beasiswa Etos-PTT *Exploration and Production* (PTTEP) *bacth* 2015.

Semasa kuliah penulis pernah melaksanakan kerja praktik di PT. Barata Indonesia (Persero). Penulis dapat dihubungi melalui e-mail : sonhajihelmi@gmail.com dan kontak : 085782163189.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*