

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA SEKAM PADI DENGAN
MENGUNAKAN METODE PENGENDAPAN**

(Skripsi)

Oleh

An'nisa Irnanda Abidin



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA SEKAM PADI DENGAN MENGUNAKAN METODE PENGENDAPAN

Oleh

An'nisa Irnanda Abidin

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan silika dari bahan dasar sekam padi dengan menggunakan metode pengendapan. Proses *leaching* digunakan pada penelitian ini untuk preparasi bahan dasar. Sampel yang telah di-*leaching* tersebut kemudian disintesis dengan metode pengendapan. Kemudian sampel dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 5 jam lalu dikarakterisasi. Analisis XRF menghasilkan silika tertinggi sebesar 96,824 % pada sampel yang disintesis dengan metode pengendapan. Hasil DTA menunjukkan adanya puncak-puncak endotermik pada suhu 73 °C, 393 °C, 470 °C dan 883 °C masing-masing terjadinya penguapan air, pembakaran karbon dan bahan-bahan volatil lainnya dan transformasi fase tridimit. Sedangkan hasil TGA menunjukkan total penyusutan massa sebesar 19,23 % dari massa awal. Analisis XRD menghasilkan puncak tertinggi pada 2θ masing-masing sebesar 21,77°, 23,26°, dan 23,28° menunjukkan silika berfase *amorf*. Hasil analisis FTIR ketiga sampel memiliki gugus fungsi -OH, Si-OH, Si-O-Si, Si-O, dan O-Si-O. Gugus fungsi Si-O-Si muncul pada ketiga sampel menunjukkan karakteristik silika. Hasil analisis SEM dari ketiga sampel menunjukkan struktur permukaan dan bentuk yang menggumpal dan tidak beraturan. Sedangkan hasil EDX diperoleh unsur yang terbentuk adalah Si dan O pada ketiga sampel.

Kata kunci: Sekam padi, silika, pengendapan, kalsinasi, XRF, DTA-TGA, XRD, FTIR, dan SEM-EDX.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SILICA FROM RICE HUSK BY PRECIPITATION METHOD

By

An'nisa Irnanda Abidin

This research was conducted to get silica from rice husk as raw material by precipitation method. Leaching process were used in this study to raw material preparation. Samples were leached and then synthesized by precipitation method. This samples calcined at temperature 700 °C for 5 hour and characterized. Analysis XRF shown the highest silica of 96,824 % in samples synthized by precipitation method. The results of DTA showed the presence of endothermic peaks at temperatures 73 °C, 393 °C, 470 °C and 883 °C for evaporation of water, carbon combustion and other volatile materials and transformation tridymite phase, respectively. While the TGA results show total mass shrinkage up to 19,23 % from initial mass. Analysis XRD for three samples results a strong broad peak at $2\theta = 21,77^\circ$, $23,26^\circ$, dan $23,28^\circ$ associated with amorphous silica, respectively. Analysis FTIR shown that three samples have functional groups -OH, Si-OH, Si-O-Si, Si-O, and O-Si-O. The Si-O-Si function group appeared in three samples showing the characteristics of silica. The results of SEM analysis of the three samples showed a surface structure and a agglomerate and irregular shape. While the EDX results obtained elements formed are Si and O on all three samples.

Keywords: Rice husk, silica, precipitation, calcination, XRF, DTA-TGA, XRD, FTIR, and SEM-EDX.

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA SEKAM PADI DENGAN
MENGUNAKAN METODE PENGENDAPAN**

Oleh

AN’NISA IRNANDA ABIDIN

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

Judul Skripsi : **Sintesis dan Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Menggunakan Metode Pengendapan**

Nama Mahasiswa : **An'nisa Arnanda Abidin**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1417041010

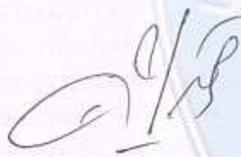
Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I



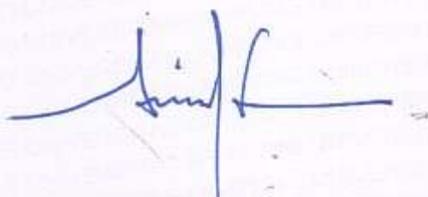
Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.
NIP. 196312281986102001

Pembimbing II



Drs. Ediman Ginting, M.Si.
NIP. 195708251986101001

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

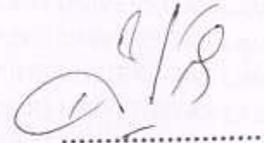


Arif Surtono, M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

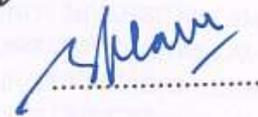
Ketua : Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.



Sekretaris : Drs. Ediman Ginting, M.Si.



**Penguji
Bukan Pembimbing : Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Suratman, M.Sc.
NIP. 196406041990031002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 13 Mei 2019

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan oleh orang lain dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis disebut dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan saya ini tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 27 Mei 2019



An'nisa Irnanda Abidin
NPM. 1417041010

RIWAYAT HIDUP



Penulis yang bernama lengkap An'nisa Irnanda Abidin, dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 28 September 1996 dari pasangan Bapak Muhammad Abidin dan Ibu Lindawati sebagai anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis menyelesaikan pendidikan dasar di TK Aisyah 2 Bandar Lampung pada tahun 2001, kemudian menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di SD Al-Azhar 2 Bandar Lampung pada tahun 2008, SMP Negeri 29 Bandar Lampung pada tahun 2011, dan SMA Negeri 5 Bandar Lampung pada tahun 2014. Pada tahun yang sama penulis diterima sebagai mahasiswa di Universitas Lampung, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam melalui jalur SBMPTN.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) sebagai anggota bidang Kesekretariatan dan Rumah Tangga (KRT) periode 2016-2017. Serta menjadi anggota Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) sebagai anggota bidang Hubungan Luar dan Pengabdian Masyarakat (HLPM) periode 2016-2017. Penulis pernah menjadi asisten Praktikum Fisika Dasar I dan Optik. Penulis pernah melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di UPT BPTM LIPI Tanjung Bintang, Lampung Selatan pada tahun 2017. Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Suban, Merbau Mataram, Lampung Selatan selama 40 hari dari bulan Juli-Agustus 2017.

PERSEMBAHAN

Dengan ketulusan hati dan rasa syukur kepada Allah Subhana Wa Ta'ala kupersembahkan karya sederhana ini kepada:

“Kedua orangtuaku (Muhammad Abidin dan Lindawati) yang selalu menjadi panutan dan motivator terbesar dalam hidupku. Selalu memberikan kasih sayang, motivasi, semangat serta doa disetiap hela nafas untuk kesuksesan dan keberhasilan anak-anaknya”

MOTTO

Kerahkan segala ikhtiar

Genapkan dengan do'a

Tawakal dengan hasilnya

*“Sesungguhnya Allah tidak mengubah keadaan (nasib) suatu kaum
sehingga mereka merubah keadaan (perilaku) yang ada
pada diri mereka sendiri”*

(QS. Ar-Ra'd:11)

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan karunia yang diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Menggunakan Metode Pengendapan**”. Skripsi ini merupakan salah satu persyaratan untuk mendapat gelar S1 dan juga melatih kreatifitas dan kemampuan mahasiswa dalam menulis karya ilmiah.

Penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses pengambilan data maupun pembuatan skripsi. Dalam menulis skripsi ini, penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan baik dalam isi maupun cara penyajian materi. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran guna perbaikan di masa mendatang. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca.

Aamiin.

Bandar Lampung, Juni 2019

Penulis

An'nisa Irnanda Abidin

SANWACANA

Dalam proses penyelesaian skripsi ini, penulis banyak mendapat bimbingan, petunjuk, bantuan, nasehat, saran, dan perhatian dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dengan segala ketulusan dan kerendahan hati penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung dan membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terimakasih, penulis sampaikan kepada:

1. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing I yang tidak pernah lelah selalu memberikan arahan, bimbingan, dan motivasi kepada penulis selama penelitian.
2. Bapak Drs. Ediman Ginting, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II yang senantiasa sabar dalam mengoreksi dan memberikan masukan-masukan untuk menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. selaku Dosen Penguji yang telah memberikan masukan dan koreksi dalam penyelesaian skripsi ini.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Unila serta selaku Dosen Pembimbing Akademik, terimakasih atas segala nasihat serta motivasi yang diberikan kepada penulis selama proses perkuliahan.
5. Bapak Drs. Suratman M.Sc. selaku Dekan FMIPA Unila.
6. Keduanyang tua, kedua adikku, dan keluarga besar yang telah memberi

dukungan, doa, dan semangat dalam penyelesaian skripsi ini.

7. Sahabat perjuangan Salsabila Asy Syifa, Aprilia Witari Anggiyani, Isnaini Rahayu, Siti Istikomah dan Megawati yang telah memberikan semangat dan bantuan dalam menyelesaikan penelitian ini.
8. Sahabat-sahabat seperjuangan di Fisika angkatan 2014 dan Himafi FMIPA Unila yang telah memberikan semangat.
9. Semua pihak yang telah membantu dan memberikan saran serta kritik dalam penyelesaian laporan ini.

Semoga atas segala bantuan, doa, motivasi, dan dukungan menjadi yang terbaik untuk penulis, dan kiranya semuanya diridhoi Allah Subhana Wa Ta'ala. Penulis berharap kiranya skripsi ini bermanfaat bagi semuanya.

Bandar Lampung, Juni 2019

Penulis

An'nisa Irnanda Abidin

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
PERSEMBAHAN	viii
MOTTO	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian	4
D. Batasan Masalah	5
E. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Sekam Padi	6
B. Silika (SiO ₂)	7
C. Kristal dan <i>Amorf</i>	8

D. Metode Sintesis Silika	
1. Metode Pembakaran	10
2. Metode <i>Sol-gel</i>	11
3. Metode <i>Leaching</i>	12
4. Metode <i>Precipitation</i> (Pengendapan)	13
E. Karakterisasi Material	
1. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	14
2. <i>Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric</i> (DTA-TG)	16
3. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	18
4. <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	20
5. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	22

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat	24
B. Alat dan Bahan	
1. Alat	24
2. Bahan	25
C. Metode Penelitian	
1. Preparasi Sekam Padi	25
2. Preparasi Abu Sekam Padi menggunakan Metode <i>Leaching</i> dengan Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$)	26
3. Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi dengan Metode Pengendapan	27
4. Karakterisasi	
a. Karakterisasi XRF	28
b. Karakterisasi DTA-TG	29
c. Karakterisasi XRD	29
d. Karakterisasi FTIR	30
e. Karakterisasi SEM-EDX	32
D. Diagram Alir	32

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Karakterisasi <i>X-Rays Fluorescence</i> (XRF)	36
B. Hasil Karakterisasi <i>Differential Thermal Analysis Thermogravimetric Analysis</i> (DTA-TGA)	37
C. Hasil Karakterisasi XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	39
D. Hasil Karakterisasi FTIR (<i>Fourier Transform Infra-Red</i>)	41
E. Hasil Karakterisasi SEM –EDX (<i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i>)	45

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	51
B. Saran	52

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur kristal silika	9
Gambar 2.2. Susunan atom (a) kristal (b) <i>amorf</i>	9
Gambar 2.3. Instrumen XRF	16
Gambar 2.4. Penampang DTA/TGA	17
Gambar 2.5. Difraktometer	20
Gambar 2.6. Skema analisis FTIR	21
Gambar 2.7. Skema mikroskop elektron	23
Gambar 3.1. Grafik laju pembakaran 5 °C/menit	26
Gambar 3.2. Diagram alir preparasi sekam padi	33
Gambar 3.3. Diagram alir preparasi abu sekam padi menggunakan metode <i>leaching</i>	34
Gambar 3.4. Diagram alir sintesis silika sekam padi dengan metode pengendapan	35
Gambar 4.1. Grafik DTA dari SP	38
Gambar 4.2. Grafik TGA dari SP	39
Gambar 4.3. Grafik XRD dari ASP	40
Gambar 4.4. Grafik XRD dari SP	40
Gambar 4.5. Grafik XRD dari SPK	41
Gambar 4.6. Spektrum FTIR dari ASP	42
Gambar 4.7. Spektrum FTIR dari SP	43

Gambar 4.8. Spektrum FTIR dari SPK	44
Gambar 4.9. Spektrum FTIR dari silika (a) ASP (b) SP (c) SPK	45
Gambar 4.10. Morfologi SEM dari ASP	46
Gambar 4.11. Morfologi SEM dari SP	47
Gambar 4.12. Morfologi SEM dari SPK	48
Gambar 4.13. Grafik EDX dari ASP	48
Gambar 4.14. Grafik EDX dari SP	49
Gambar 4.15. Grafik EDX dari SPK	50

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Karakteristik silika	8
Tabel 4.1. Komposisi kimia dari analisis XRF	37

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Padi sebagai bahan makanan pokok di Indonesia, kebutuhannya meningkat dari tahun ke tahun dan limbah yang dihasilkanpun meningkat (Ginancar *et al.*, 2014). Produksi padi di Provinsi Lampung menurut Badan Pusat Statistik (2018) tahun 2018 sebanyak 1,9 juta ton. Padi yang dihasilkan dari proses penggilingan, biasanya diperoleh sekam 20-30 %, dedak 8–12 %, dan beras giling 50–63,5 % dari bobot awal gabah (Sipahutar, 2010), sehingga sekam padi yang dihasilkan pada tahun 2018 sekitar 540-380 ribu ton. Sekam padi yang cukup banyak ini, umumnya hanya dijadikan limbah namun beberapa kandungannya dapat dimanfaatkan salah satunya adalah silika.

Menurut Mittal (1997), sekam padi merupakan salah satu sumber penghasil silika terbesar setelah dilakukan pembakaran sempurna. Sekam padi terdiri dari lignin, selulosa, logam, dan silika (Della *et al.*, 2002; Haq *et al.*, 2014). Selulosa dan lignin adalah komponen organik utama lebih dari 75 % berat kering total sekam dan sisanya air, protein, dan sebagainya (Mahmud *et al.*, 2016). Kandungan anorganik dalam sekam padi sekitar 20 % berat dari sekam padi kering dengan silika 17-20 % dan sisanya adalah Kalium Oksida (K_2O), Kalsium Oksida (CaO), Magnesium Oksida (MgO), Aluminium Oksida (Al_2O_3), dan Fosfor Pentoksida (P_2O_5). Oleh karena itu, sekam padi berpotensi menjadi bahan

yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang.

Kehadiran silika dalam sekam padi telah dikenal sejak 1938 (Martin, 1938). Silika secara alami ditemukan berukuran nanopartikel dalam sekam padi, sehingga memberikan sumber alternatif yang menjanjikan dari nanopartikel silika *amorf* karena silika yang diperoleh dari tanaman pada dasarnya *amorf* dan lebih reaktif dibandingkan dengan silika kristalin (Mahmud *et al.*, 2016). Aksesibilitas, biaya murah, dan ramah lingkungan membuat silika berbasis sumber daya alam sangat bermanfaat di bidang sains, biomedis dan material. Nanopartikel silika juga digunakan dalam berbagai bidang seperti keramik, adsorben, sebagai katalis (Hessien *et al.*, 2009), dan sumber untuk preparasi bahan lanjutan (Chandrasekhar *et al.*, 2003; Chandrasekhar *et al.*, 2005). Karena kelebihanannya yang aplikatif dan mudah didapatkan, beberapa peneliti berupaya untuk menghasilkan silika dengan berbagai metode.

Beberapa upaya sintesis silika dari sekam padi oleh para peneliti dengan beberapa metode, diantaranya pembakaran (Rozainee *et al.*, 2008; Della *et al.*, 2002), *sol-gel* (Suka *et al.*, 2008; Le *et al.*, 2013), *leaching* asam (Umeda dan Kondoh, 2010; Kalapathy *et al.*, 2002; Liou dan Wu, 2009; Rahman *et al.*, 1997; Yalcin dan Sevinc, 2001), pengendapan (*precipitation*) (Yuvakkumar *et al.*, 2012; Monshizadeh *et al.*, 2014; Haq *et al.*, 2014). Dari beberapa metode di atas, metode *leaching* dan pengendapan memiliki kelebihan yaitu silika yang dihasilkan lebih tinggi dibandingkan dengan silika yang disintesis dengan metode lain, metode *leaching* dan pengendapan merupakan metode yang sederhana dan ekonomis untuk pemurnian silika dari sekam padi (Haq *et al.*, 2014).

Penelitian mengenai sintesis silika dengan metode *leaching* pernah dilakukan oleh Umeda dan Kondoh (2010), dengan bahan dasar sekam padi berasal dari Niigata (Jepang) menghasilkan kondisi optimum yaitu dengan menggunakan konsentrasi asam sitrat 5 %, suhu larutan ketika *leaching* 80 °C dengan pengadukan selama 2 jam menghasilkan kemurnian silika yang tinggi. Dalam penggunaan kondisi optimum tersebut, kemurnian silika *amorf* dari sekam padi yang dihasilkan sebesar 99,5-99,77 %. Selain itu, metode lainnya adalah metode pengendapan pernah dilakukan oleh Yuvakkumar *et al.* (2012), hasilnya menunjukkan bahwa kemurnian tertinggi silika dari abu sekam padi (99,9 %) diperoleh pada perlakuan NaOH 2,5 N dan serbuk silika murni yang diperoleh menunjukkan ukuran partikel rata-rata 25 nm dengan luas permukaan 274 m²/g serta rata-rata diameter pori-pori 1,46 nm. Kemurnian yang tinggi ini dihasilkan dengan memperhatikan beberapa faktor, seperti kualitas bahan dasar, geografi, preparasi sampel, dan peralatan yang digunakan (Ramadhansyah *et al.*, 2012).

Berdasarkan penjelasan di atas maka mendorong penulis untuk melakukan penelitian dengan mensintesis serta mengkarakterisasi silika sekam padi dengan metode pengendapan. Penelitian akan menganalisa *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur, *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis* (DTA-TGA) untuk mengetahui sifat termal, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsional, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui mikrostruktur.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana komposisi unsur pada silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan?
2. Bagaimana sifat termal silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan?
3. Bagaimana fase yang terbentuk pada silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan?
4. Bagaimana gugus fungsi yang terbentuk dari silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan?
5. Bagaimana karakterisasi morfologi silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukanya penelitian ini adalah untuk :

1. Mengetahui komposisi unsur pada silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan.
2. Mengetahui sifat termal silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan.
3. Mengetahui fase yang terbentuk pada silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan.
4. Mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dari silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan.

5. Mengetahui karakterisasi morfologi silika berbahan dasar sekam padi yang disintesis dengan menggunakan metode pengendapan.

D. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Sintesis silika sekam padi dilakukan dengan menggunakan metode pengendapan pada suhu kalsinasi 700 °C.
2. Bahan yang digunakan sekam padi sebagai sumber silika.
3. Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan XRF, DTA-TG, XRD, FTIR, dan SEM-EDX.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Dapat mensintesis dan mengetahui komposisi unsur, sifat termal, fase yang terbentuk, gugus fungsi, dan struktur morfologi pada pembuatan silika berbahan dasar sekam padi.
2. Menjadi bahan acuan bagi penelitian berikutnya yang ingin meneruskan pembuatan silika berbahan dasar sekam padi.
3. Hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai alternatif dalam pemilihan metode dalam pembuatan silika berbahan dasar sekam padi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Teori yang dibahas dalam tinjauan pustaka ini terdiri dari beberapa konsep dasar menjelaskan tentang beberapa teori yang mendukung topik penelitian. Pembahasan dimulai dengan penjelasan mengenai sekam padi, silika (SiO_2), struktur kristal dan *amorf*, metode sintesis silika, dan karakterisasi material.

A. Sekam Padi

Sekam padi adalah bahan limbah pertanian yang banyak tersedia di negara-negara penghasil beras, salah satunya Indonesia. Produksi padi di Provinsi Lampung menurut Badan Pusat Statistik (2018) tahun 2018 sebanyak 1,9 juta ton dan sekam padi yang diperoleh berkisar 16-25 % dari padi (Della *et al.*, 2002; Giddel dan Jivan, 2007; Soltani *et al.*, 2015). Sebagian besar sekam padi memiliki bahan berserat dengan kandungan silika yang tinggi. Kandungan sekam padi adalah hemiselulosa 24,3 %, selulosa 34,4 %, lignin 19,2 %, abu 18,85 %, dan unsur lainnya 3,25 %. Sekam padi mengandung 17-25 % silika (Patel *et al.*, 1987; Conradt *et al.*, 1992; Real *et al.*, 1996). Sekam padi juga memiliki nilai kalori sebesar 15217,2 KJ/Kg, sehingga dapat dijadikan bahan bakar yang lebih murah daripada batubara karena efisiensinya sama dengan batubara (Yadav dan Singh, 2011).

Umumnya, sekam padi belum dimanfaatkan secara efisien sehingga tidak memiliki nilai komersial (Real *et al.*, 1996). Sifat fisik dan kimia yang unik dari sekam padi, seperti kandungan abu dan silika yang tinggi, dapat digunakan secara efektif dalam proses industri dan rumah tangga. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa sekam padi dapat digunakan sebagai bahan bakar (Ugheoke *et al.*, 2006; Shwetha *et al.*, 2014). Sekam padi biasanya berakhir dengan dibakar di ruang terbuka, sehingga menyebabkan pencemaran lingkungan dan masalah pembuangan. Upaya menghemat kebutuhan energi dan sumber daya telah dilakukan dengan membakar sekam dalam kondisi yang sesuai dan memanfaatkan abu yang dihasilkan sebagai bahan bangunan (Barkakati *et al.*, 1994) dan komposit (Siqueira *et al.*, 2009). Selain itu, sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai pupuk organik untuk meningkatkan produktivitas dan efisiensi penggunaan air di ladang (Badar dan Qureshi, 2014).

B. Silika (SiO₂)

Silika adalah salah satu senyawa kimia organik yang memiliki nilai fungsi. Serbuk nanosilika banyak digunakan diberbagai bidang (Wang *et al.*, 2000; Li *et al.*, 2006; Manivannan dan Ramanathan, 2009; Zhang *et al.*, 2009; Zhang dan Zhao, 2010). Silika mempunyai kelebihan dibanding bahan lain karena secara kimia bersifat tidak mudah bereaksi dan tidak larut dalam air. Selain itu, menunjukkan kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi (Bhatia dan Brinker, 2000). Struktur atom silika dapat berbentuk kristal dan *amorf* (Todkar *et al.*, 2016). **Tabel 2.1** menunjukkan karakteristik silika yang lebih rinci.

Tabel 2.1. Karakteristik silika (Surdia dan Saito, 1999).

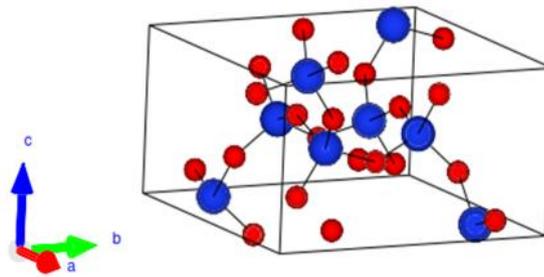
No.	Nama Mineral	Silikon Dioksida (Silika)
1.	Rumus molekul	SiO ₂
2.	Keadaan fisik	Padat
3.	Warna	Putih
4.	Berat jenis	2,6 g/cm ³
5.	Titik cair	1610 °C
6.	Titik didih	2230 °C

C. Struktur Kristal dan Amorf

1. Kristal

Kristal merupakan komposisi dari atom-atom pada suatu zat padat yang memiliki susunan teratur. Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut struktur kristal. Struktur kristal terbentuk dari gabungan sel satuan yang merupakan sekumpulan atom yang tersusun secara khusus dan tiap atom berada pada kedudukan tertentu dalam ruang serta mempunyai jarak dan arah sudut yang tetap terhadap atom secara tiga dimensi dalam suatu kisi kristal. Kedudukan atom-atom di dalam ruang dinyatakan oleh kisi (Istiyono, 2000).

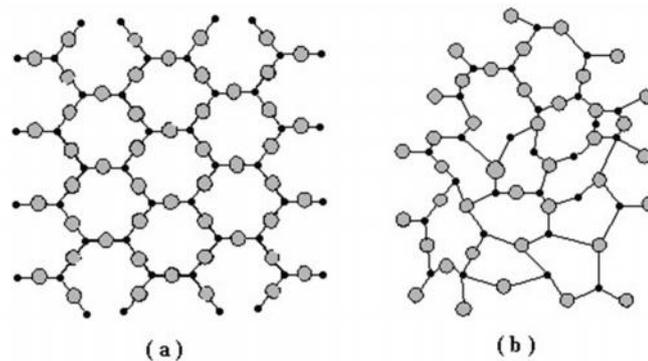
Gambar 2.1 menunjukkan struktur kristal silika dengan ikatan atom-atom Si (Silikon) berwarna merah dan O (Oksigen) berwarna biru. Struktur kristal SiO₂ yang memiliki sistem kristal *tetragonal* dengan tipe pola I, memiliki nama *space grup* I -4, bernomor *space group* 88, volume sel satuan = 357,388795 Å³, serta parameter kisi $a = b = 8,6557 \text{ \AA}$, $c = 4,7702 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (Boisen *et al.*, 1994).



Gambar 2.1. Struktur kristal silika yang digambar dengan program VESTA (Momma dan Izumi, 2011).

2. *Amorf*

Amorf merupakan suatu zat padat yang memiliki susunan atom-atom atau molekul-molekul yang acak dan tidak teratur. Partikel-partikel dari zat *amorf* tersebut tidak mempunyai bentuk tertentu. **Gambar 2.2** menunjukkan perbedaan dari susunan atom kristal dan *amorf*.



Gambar 2.2. Susunan atom (a) kristal (b) *amorf* (Smallman dan Bishop, 2000).

D. Metode Sintesis Silika

Beberapa metode telah dilakukan peneliti untuk menghasilkan silika. Serbuk silika umumnya disintesis dengan menggunakan metode pembakaran (Della *et al.*, 2002; Patel *et al.*, 1987; Ibrahim *et al.*, 1980), *sol-gel* ((Le *et al.*, 2013; Suka *et al.*, 2008), *leaching* (Umeda dan Kondoh, 2010; Kalapathy *et al.*, 2002; Matori *et al.*,

2009; Rosalia *et al.*, 2016), dan pengendapan (Yuvakkumar *et al.*, 2012; Monshizadeh *et al.*, 2014; Haq *et al.*, 2014).

1. Metode Pembakaran

Beberapa hasil penelitian untuk menghasilkan silika dengan menggunakan metode pembakaran telah dilakukan (Della *et al.*, 2002; Patel *et al.*, 1987; Ibrahim *et al.*, 1980). Penelitian yang dilakukan oleh Della *et al.* (2002) menghasilkan kandungan silika sebesar 95 % yang diperoleh setelah pembakaran pada suhu 700 °C selama 6 jam. Penelitian lainnya dilakukan oleh Patel *et al.* (1987) dengan pembakaran pada suhu di bawah 700 °C disarankan untuk menghindari transformasi dari silika *amorf* menjadi kristalin.

Ibrahim *et al.* (1980) telah menyimpulkan bahwa pencucian awal sekam padi dengan larutan asam, kemudian dipanaskan dengan suhu mulai dari 500 hingga 1400 °C untuk berbagai interval waktu, terbukti efektif dalam menghilangkan sebagian besar bahan pengotor logam dan menghasilkan abu silika berwarna putih sepenuhnya dengan luas permukaan spesifik yang tinggi. Pembakaran sekam padi di udara selalu mengarah pada pembentukan silika abu, yang bervariasi dari abu-abu ke hitam tergantung pada bahan pengotor anorganik dan jumlah karbon yang tidak terbakar (Krishnarao *et al.*, 2001). Namun, metode pembakaran ini jika tidak disertai dengan perlakuan yang tepat akan menghasilkan abu yang sudah mengalami transformasi menjadi silika kristalin. Hal ini disebabkan oleh keberadaan senyawa-senyawa pengotor anorganik seperti senyawa mineral yang mengandung kalium (K) dan natrium (Na) yang dapat menurunkan titik leleh

silika sehingga dapat mempercepat perubahan fase *amorf* menjadi kristalin (Umeda dan Kondoh, 2010).

2. Metode *Sol-gel*

Metode *sol-gel* merupakan proses pencampuran secara kimia seperti bahan anorganik dalam sintesis keramik dan gelas yang dapat dilakukan pada temperatur rendah (Sembiring dan Simanjuntak, 2015). Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mendapatkan silika dengan metode *sol-gel* (Le *et al.*, 2013; Suka *et al.*, 2008). Penelitian yang dilakukan oleh Le *et al.* (2013) menyimpulkan bahwa serbuk silika diperoleh dengan metode *sol-gel*. Abu sekam padi disintesis menggunakan sekam padi yang diperlakukan secara termal pada kondisi optimal suhu 600 °C selama 4 jam. Setelah itu, diekstraksi menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH) untuk menghasilkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) dan menambahkan H_2SO_4 hingga pH menjadi 4. Hasil silika yang diperoleh adalah *amorf* dan sampel berukuran nano dengan ukuran rata-rata 3 nm.

Penelitian lain dilakukan oleh Suka *et al.* (2008) dengan menggunakan metode *sol-gel*, silika diperoleh dengan melibatkan ekstraksi sekam padi menggunakan larutan KOH dan *gel* silika menggunakan larutan HCl. Hasil silika tertinggi diperoleh dari kondisi optimum yaitu dengan ekstraksi menggunakan larutan KOH 5 % dengan waktu ekstraksi 60 menit, dan pH *gel* 7. Metode *sol-gel* memiliki kelebihan yaitu tidak memerlukan temperatur tinggi, sedangkan kelemahan metode ini adalah kondisi pH harus terkontrol dengan teliti (Sriyanti *et al.*, 2005).

3. Metode *Leaching*

Leaching adalah ekstraksi bahan tertentu untuk menghilangkan kotoran material dengan melarutkannya (Matori *et al.*, 2009). Senyawa-senyawa pengotor anorganik dapat dihilangkan dari sekam padi melalui proses *leaching* menggunakan larutan asam untuk mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi sebelum proses pembakaran. Para peneliti telah melakukan proses *leaching* sebelum melakukan proses termal dengan menggunakan HCl, H₂SO₄, HNO₃ (Matori *et al.*, 2009), asam sitrat (Umeda dan Kondoh, 2010), dan asam oksalat (Kalapathy *et al.*, 2002).

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mendapatkan sejumlah besar silika dari sekam padi menggunakan metode *leaching*. Misalnya, Umeda dan Kondoh (2010) mensintesis silika sekam padi dengan media asam sitrat. Dalam metode ini, kondisi optimum untuk mendapatkan kemurnian silika yang tinggi digunakan konsentrasi asam sitrat 5 %. Sekam padi yang telah dipreparasi, diaduk dan dipanaskan dengan larutan asam sitrat dengan suhu 80 °C selama 2 jam. Kesimpulan yang diperoleh bahwa komposisi unsur dari silika tergantung pada konsentrasi asam, suhu dan waktu pengadukan. Silika yang dihasilkan dari metode ini yaitu 99,5-99,77 %.

Penelitian lain pernah dilakukan oleh Rosalia *et al.* (2016) untuk memperoleh silika dengan menggunakan metode *leaching* dengan asam sitrat (C₆H₈O₇) yang dikalsinasi pada suhu 800 °C, 900 °C, dan 1000 °C. Hasilnya menunjukkan diperoleh silika bentuk *amorf* ketika dilakukan kalsinasi pada suhu 800 °C dan fase tridimit pada suhu 900 °C dan 1000 °C. Hasil SEM menunjukkan semakin

tinggi suhu kalsinasi, luas permukaan dan ukuran pori semakin rapat yang disebabkan terjadinya pengerutan partikel silika yang dikalsinasi pada suhu pembakaran yang tinggi.

4. Metode Pengendapan (*Precipitation*)

Dalam penelitian (Yuvakkumar *et al.*, 2012), telah dilakukan upaya untuk menghasilkan serbuk nanosilika ukuran partikel yang kecil dan sangat murni dengan luas permukaan yang tinggi dari produk samping pertanian, seperti sekam padi, dengan menggunakan ekstraksi basa yang mudah digunakan dan sederhana, diikuti oleh metode pengendapan asam. Metode ini sederhana, hemat biaya, dapat diandalkan, dan dapat direproduksi. Sebagian besar metode konvensional lainnya lebih mahal dan membutuhkan input energi yang tinggi. Untuk mengatasi hal ini dan untuk menghasilkan kemurnian yang tinggi, metode pengendapan dapat diimplementasikan dan cocok untuk memproduksi bubuk nanosilika kemurnian tinggi dari sekam padi.

Pembuatan serbuk nanosilika murni dimungkinkan karena penerapan yang ketat parameter pemurnian saat sintesis dilakukan: pertama, membilas kulit sekam secara menyeluruh dengan air suling dapat menghilangkan debu dan kotoran lainnya; kedua, perlakuan panas yang cukup (700 °C) dapat menghilangkan lebih banyak kontaminasi senyawa anorganik melalui dekomposisi; ketiga, mencuci abu sekam padi sebelum ekstraksi basa dapat menghindari kotoran karbon dari pembakaran sebelumnya; keempat, melepaskan abu sekam padi dengan larutan HCl 6 N menghilangkan kotoran logam; kelima, pencucian abu sekam padi berulang dengan air suling hangat sampai filtrat bebas dari kotoran asam; terakhir, memurnikan abu sekam padi dengan ekstraksi basa (NaOH 2,5 N) dan membilas

serbuk silika dengan air panas menghilangkan karbonat atau hidroksida dari logam alkali, seperti natrium. Silika yang diperoleh melalui metode ini bersifat *amorf* dan memiliki kemurnian 99,9 % (Yuvakkumar *et al.*, 2012).

E. Karakterisasi Material

1. X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisa menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X. Interaksi atom dengan cahaya dapat menyebabkan berbagai fenomena yang dipengaruhi oleh kuatnya intensitas cahaya yang berinteraksi dengan atom tersebut. Ketika material berinteraksi dengan cahaya yang memiliki energi tinggi (sinar-X), maka dapat menyebabkan terpentalnya elektron yang berada pada tingkat energi paling rendah pada suatu atom. Akibatnya atom berada pada keadaan yang tidak stabil sehingga elektron yang berada pada tingkat (kulit valensi) yang lebih tinggi akan mengisi posisi kosong yang ditinggalkan oleh elektron yang terpentall tadi. Proses pengisian posisi elektron pada kulit valensi yang lebih rendah dinamakan eksitasi. Proses eksitasi ini akan disertai dengan pemancaran cahaya dengan energi yang lebih kecil daripada energi yang menyebabkan tereksitasinya elektron. Energi yang dipancarkan ini dinamakan radiasi flouresensi. Radiasi flouresensi ini memiliki energi yang khas tergantung dari elektron yang tereksitasi pada atom penyusun sebuah material. Karakteristik dari radiasi flouresensi pada setiap unsur ini memungkinkan dapat dilakukannya analisa kualitatif untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang berbeda. Sementara itu, analisa kuantitatif untuk menentukan konsentrasi dari unsur yang dianalisis dapat

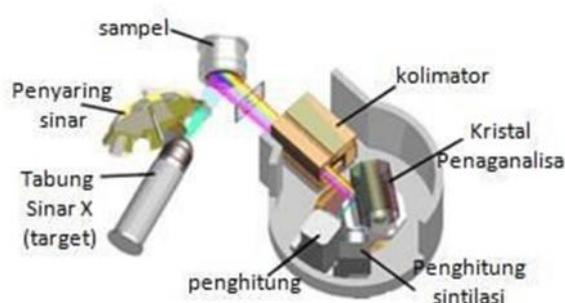
ditentukan berdasarkan intensitas dari radiasi fluoresensi yang dipancarkan (Setiabudi *et al.*, 2012).

Secara umum, XRF mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar-X. Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Berdasarkan karakteristik sinar yang dipancarkan, elemen kimia dapat diidentifikasi dengan menggunakan WDXRF (*Wavelength Dispersive XRF*) dan EDXRF (*Energy Dispersive XRF*) (Fatimah, 2018). WDXRF didapat dari difraksi dengan menggunakan *analyzer* yang berupa kristal. Kisi kristal yang spesifik memilih panjang gelombang yang sesuai dengan Hukum Bragg. Sedangkan EDXRF bekerja tanpa menggunakan kristal, namun menggunakan detektor yang mampu mengisolasi energi yang berbeda. Setiap transisi elektron yang terjadi pada setiap atom unsur, memiliki nilai panjang gelombang tertentu yang telah diketahui besarnya. Oleh karena itu, dengan diketahuinya panjang gelombang apa saja yang terdapat pada berkas cahaya yang dipancarkan dari sampel, maka dapat diidentifikasi unsur apa saja yang terdapat pada sampel tersebut.

Gambar 2.3 menunjukkan bagian-bagian yang terdapat pada instrumen XRF secara lengkap (Setiabudi *et al.*, 2012). Bagian-bagian dari instrumen XRF memiliki fungsinya masing-masing, yaitu :

1. Tabung sinar-X (*X-ray Tube*) merupakan sumber sinar-X yang digunakan sebagai berkas cahaya untuk mengeksitasikan elektron pada sampel. Pada tabung sinar-X ini terdapat bagian filamen sebagai sumber elektron dan plat logam sebagai target untuk menghasilkan sinar-X.

2. *Filter* berfungsi sebagai penyaring berkas sinar yang dipancarkan dari tabung sinar-X untuk memisahkan komponen yang tidak diinginkan yang dapat mengganggu sinyal yang dihasilkan untuk dianalisa. *Aluminium foil* (Al) dan tembaga (Cu) biasanya digunakan sebagai material pada *filter*.
3. Kolimator berfungsi untuk memperjelas resolusi berkas sinar-X yang dipancarkan dari sampel yang terkena radiasi sehingga mempertajam berkas sinar untuk dianalisa.
4. *Analyzer crystal* berfungsi untuk mengubah berkas cahaya polikromatik yang dipancarkan dari sampel menjadi monokromatik dengan panjang gelombang berbeda sehingga dapat dilakukan analisa kualitatif.



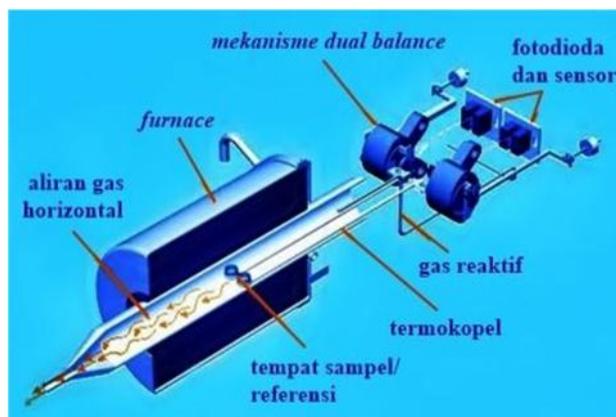
Gambar 2.3. Instrumen XRF (Setiabudi *et al.*, 2012).

2. *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis (DTA-TGA)*

Teknik analisis termal yang biasa digunakan adalah TGA dan DTA. Teknik analisis termal TGA secara otomatis merekam perubahan berat sampel sebagai fungsi dari suhu maupun waktu dibawah kondisi terkendali (Hammer, 2013). Analisis TGA juga berguna untuk dehidrasi, dekomposisi, adsorpsi, dan proses oksidasi (Shriver dan Atkins, 2006). Sedangkan teknik analisis DTA mengukur dan membandingkan perbedaan suhu (T) antara sampel dengan material referensi sebagai fungsi dari suhu (Hammer, 2013). Teknik analisis DTA ini yang

paling banyak digunakan. Material yang digunakan sebagai referensi ideal adalah sebuah substansi dengan massa yang sama sebagai sampel. Pada DTA, biasanya digunakan bubuk alumina (Al_2O_3) dan magnesium oksida (MgO) sebagai material referensi untuk analisis komponen organik (Shriver dan Atkins, 2006).

Gambar 2.4 menunjukkan komponen peralatan utama dari DTA yaitu: pemegang sampel yang dilengkapi dengan termokopel, wadah sampel, *furnace*, program temperatur dan sistem perekam. Pada setiap pemegang sampel yaitu sampel uji dan sampel pembanding terdiri dari sebuah termokopel untuk menjamin sebuah distribusi panas yang rata. Termokopel ini tidak dapat ditempatkan secara langsung dengan sampel, hal ini digunakan untuk menghindari terjadinya kontaminasi dan degradasi (Bhadesia, 2002).



Gambar 2.4. Penampang DTA-TGA (Anthony, 2001).

Untuk memperoleh data, sampel (berdiameter 2 mm, kapasitas massa 0,1-10 mg) dimasukkan sebuah termokopel sangat tipis, begitu juga selanjutnya, hal yang sama juga dilakukan pada tabung atau wadah yang berisi sampel referensi. Untuk pemanasan atau pendinginan sampel dilakukan dengan laju seragam. Untuk memperoleh hasil data yang baik, maka sampel harus halus yaitu dengan ukuran 100 *mesh* (Khopkar, 1990). Sedangkan hasil pengukuran fungsi T

merupakan suatu petunjuk perolehan ataupun kehilangan energi dari sampel yang diuji. Bila dalam pengamatan ternyata suhu bahan acuan lebih tinggi daripada suhu sampel maka diperoleh T negatif atau terjadi perubahan endotermik dan sebaliknya jika suhu bahan acuan lebih rendah daripada suhu sampel maka diperoleh T positif atau terjadi perubahan eksotermik. Bila suhu sampel dengan suhu acuan sama berarti tidak terjadi perubahan, dalam hal ini hanya ditunjukkan berupa garis lurus (*base line*) (Robert, 1994).

3. *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD merupakan metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi susunan atom dalam suatu bahan dengan memanfaatkan gelombang elektromagnetik dari sinar-X dan struktur kisi sebagai parameternya. Difraksi sinar-X pertama kali dieksperimenkan pada tahun 1912 oleh Friedsish, Knipyng, dan Von Laue. Teknik ini memiliki kelemahan yaitu membutuhkan waktu yang cukup lama dan kurang praktis karena umumnya mesin bergerak secara bertahap melakukan pengukuran mulai dari sudut hamburan kecil sampai sudut besar. Percobaan dilakukan kembali oleh dua fisiskawan Inggris, W. H. Bragg (1862-1942) dan putranya W. L. Bragg (1890-1971). Mereka berhasil menganalisis percobaan Laue dan mampu menampilkan kondisi yang diperlukan untuk difraksi dalam bentuk matematika jauh lebih sederhana. Percobaan dilakukan dengan cara menembakkan sinar-X pada sampel padatan kristalin, kemudian sinar tersebut akan terdifraksi. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksi oleh sampel. Sampel serbuk memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di

dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu, sehingga memenuhi Hukum Bragg dengan persamaan berikut (Cullity, 1956).

$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (1)$$

dengan:

λ : Panjang gelombang sinar-X

d : Jarak antar bidang kristal

θ : Sudut difraksi

Alat difraksi ini memiliki tiga komponen utama, yakni sumber sinar-X, material uji dan detektor sinar-X. Komponen pertama, yaitu sumber sinar-X terdapat dalam tabung sinar-X dimana di dalamnya akan terjadi percepatan elektron akibat tegangan tinggi yang diberikan sehingga terjadi tumbukan antara elektron dengan logam target (seperti Cu, Cr, Fe, Co, Mo, Ag, dan lain-lain) sehingga menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang $0,1-1 \times 10^{-8}$ m. Sedangkan untuk komponen kedua, yaitu material yang akan diujikan dalam bentuk padatan halus (serbuk) dengan berat yang biasa digunakan yaitu 1 mg. Komponen ketiga, yaitu detektor sinar-X sebagai pendeteksi sudut sinar-X yang direfleksikan pada material uji (Setiabudi *et al.*, 2012).

Gambar 2.5 menunjukkan skema difraktometer. Prinsip dasar alat ini, sebelum sinar-X sampai ke detektor, sinar-X yang memiliki panjang gelombang λ dengan intensitas I mengalami refleksi dan menghasilkan sudut difraksi 2θ . Jalannya sinar-X diawali dari sumber sinar-X yang akan melewati celah *soller* dan masuk ke celah penyebar. Sinar-X yang melewati celah penyebar akan

mengenai material yang akan diuji dan mengalami difraksi menuju celah anti penyebar, lalu masuk ke celah penerima, celah *soller* dan sampai ke detektor.



Gambar 2.5. Difraktometer (Warren, 1969).

4. *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

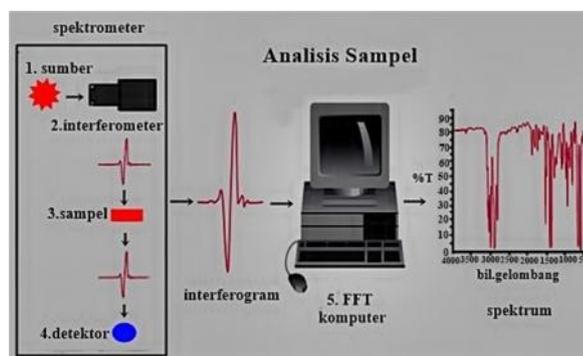
Salah satu hasil kemajuan instrumentasi inframerah (IR) adalah pemrosesan data seperti FTIR. FTIR dapat menganalisis kualitatif suatu senyawa organik karena spektrum setiap zat organik memiliki karakteristik. Setiap kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi tertentu. FTIR menggunakan prinsip spektroskopi inframerah, dimana radiasi yang mengandung semua frekuensi di wilayah inframerah dilewatkan melalui sampel. Frekuensi yang diserap, muncul sebagai penurunan sinyal pada detektor. Informasi ini ditampilkan sebagai spektrum radiasi dalam bentuk % transmisi dan bilangan gelombang.

FTIR terdiri dari 5 bagian utama yaitu:

1. Sumber sinar, terbuat dari filamen Nerst atau globar yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperatur 1000-1800 °C.

2. *Beam splitter*, berupa material transparan dengan indeks relatif sehingga menghasilkan 50 % radiasi yang akan direfleksikan dan 50 % radiasi yang akan diteruskan.
3. Interferometer, merupakan bagian utama dari FTIR. Interferometer berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju detektor.
4. Daerah sampel, dimana berkas acuan dan sampel masuk ke dalam daerah sampel dan masing-masing menembus sampel.
5. Detektor, yang merupakan piranti untuk mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. Detektor yang sering digunakan pada FTIR adalah termokopel dan balometer.

Cara kerja FTIR adalah radiasi inframerah yang dihasilkan dari pemanasan suatu sumber radiasi (Nernst Glower, Globar, dan Kawat Nikhrom) dengan listrik hingga suhu 1000-1800 °C. Berkas tersebut akan dipancarkan mengenai *beam splitter* untuk diteruskan atau dipantulkan mengenai cermin dan dipantulkan kembali hingga mengenai sampel dan menembusnya menuju detektor. Detektor akan menghasilkan sinyal berupa interferogram yang terbentuk dari interferometer. Komputer akan mengubah sinyal dari interferogram ke dalam spektrum sinyal tunggal melalui transformasi fourier (Setiabudi *et al.*, 2012).



Gambar 2.6. Skema analisis FTIR (Griffiths, 1975).

5. *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

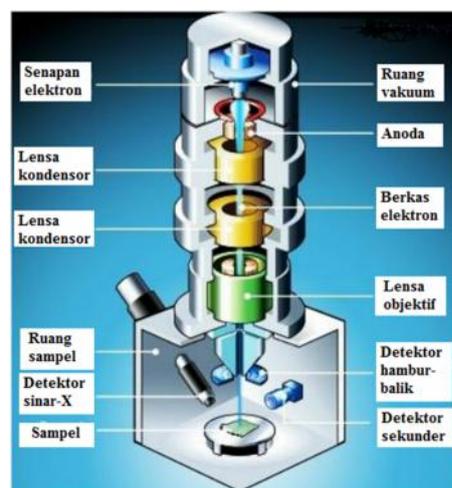
SEM merupakan sebuah mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi dan mengamatinya secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 hingga 3.000.000 kali dan resolusi sebesar 1 hingga 10 nm (Nurdina, 2016). Analisis SEM juga dapat digunakan untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) pada benda padat.

Prinsip kerja SEM yaitu dengan menggunakan berkas sinar elektron yang dihasilkan dari filamen yang dipanaskan (senapan elektron) dan memerlukan sebuah ruang vakum untuk preparasi sampel. Untuk preparasi sampel terdapat tiga tahapan, antara lain (Gedde, 1995):

1. Menyiapkan pelet untuk pengujian dengan membersihkan kandungan air, larutan, dan semua bahan yang dapat menguap apabila divakum.
2. Sampel dikeringkan pada suhu 60 °C minimal selama 1 jam.
3. Sampel non logam harus dilapisi dengan emas tipis dengan cara meletakkan *stub* yang berisi sampel ke dalam DC *sputtering*. Sedangkan, sampel logam dapat langsung dimasukkan dalam ruang sampel.

Setelah sampel selesai dipreparasi, sampel dimasukkan ke dalam ruang sampel yang telah divakumkan sebelumnya dan diatur tegangan dan skala perbesarannya. Kemudian dilakukan penentuan fokus dan daerah yang akan dilakukan pengujian. Setelah pengaturan, gelombang elektron yang dipancarkan senapan elektron terkondensasi di lensa kondenser dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. Berkas sinar elektron yang mengenai sampel

menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor hambur-balik. Detektor elektron sekunder atau *Secondary Electron* (SE) menunjukkan gambar sampel yang jelas dan topografi terfokus tetapi hanya bisa menampilkan bentuk permukaannya saja. Sedangkan, detektor elektron hambur-balik atau *Back Scatter Electron* (BSE) menunjukkan tiap unsur dalam sampel. Setelah proses selesai, maka hasil gambar siap untuk dicetak. Skema alat mikroskop elektron ditunjukkan pada **Gambar 2.7**.



Gambar 2.7. Skema mikroskop elektron (Amin, 2012).

Sebagian besar SEM dilengkapi dengan fitur EDX, namun tidak semua SEM mempunyai fitur ini. EDX dihasilkan dari sinar karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan, maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. EDX bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen (Vida *et al.*, 2004).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan pada bulan September 2018 sampai Februari 2019. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Kalsinasi dilakukan di Laboratorium Material Teknik Mesin Universitas Lampung. Karakterisasi DTA-TGA dan SEM-EDX dilakukan di UPT Laboratorium dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung. Karakterisasi XRF dan XRD dilakukan di Laboratorium Universitas Negeri Padang. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya neraca analitik, *beaker glass*, termometer, saringan, baskom, kompor, *blender*, *magnetic stirrer*, kertas saring, pH meter (lakmus), pipet tetes, cawan, gelas ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, *erlenmeyer*, corong, penjepit, spatula kaca, botol sampel, *mortar* dan *paste*, oven, *aluminium foil*, *furnace*, dan alat-alat karakterisasi seperti XRF PANalytical Epsilon 3, DTA-TGA EXSTAR 7300, XRD X'PERT POWDER PANalytical, SEM-EDX Zeiss EVO MA10, dan FTIR Nicolet Avatar.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya sekam padi, aquades, asam sitrat, HCl, NaOH, dan H₂SO₄.

C. Metode Penelitian

Metode penelitian dalam penelitian ini terdiri dari empat tahap yaitu preparasi sekam padi, preparasi abu sekam padi, sintesis silika dari abu sekam, dan karakterisasi sampel yang akan dijelaskan masing-masing seperti di bawah ini.

1. Preparasi Sekam Padi

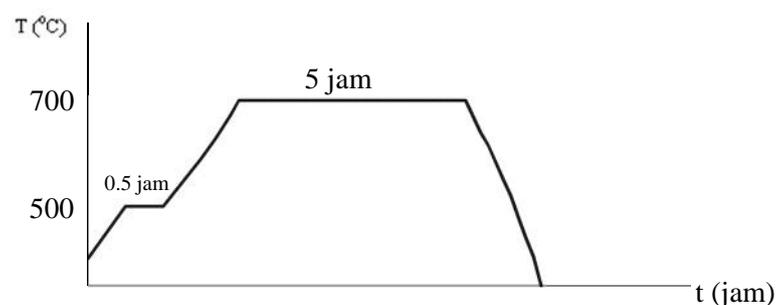
Sekam padi dipreparasi dengan tahapan seperti di bawah ini.

1. Menimbang 100 gram sekam padi.
2. Mencuci sekam padi dengan air hingga bersih untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada sekam padi.
3. Merendam sekam padi selama 1 jam.
4. Membuang sekam padi yang mengapung di permukaan.
5. Sekam padi yang tenggelam diambil dan direndam dengan menggunakan air panas selama 15 menit untuk membersihkan kotoran yang masih tersisa.
6. Meniriskan sekam padi dan dikeringkan di bawah sinar matahari selama 2-3 hari hingga kering merata.
7. Mengeringkan sekam padi dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam.
8. Sekam padi yang sudah kering, dihaluskan menggunakan *blender* selama 10 menit dan diayak.

2. Preparasi Abu Sekam Padi menggunakan Metode *Leaching* dengan Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$)

Sebelum melakukan sintesis silika dari sekam padi, terlebih dahulu dilakukan preparasi abu sekam padi dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menimbang asam sitrat sebanyak 25,25 gram dan sekam padi sebanyak 30 gram.
2. Melarutkan asam sitrat dengan menambahkan aquades hingga 500 mL dalam *beaker glass*.
3. Memasukkan sekam padi ke dalam larutan asam sitrat dan meletakkannya di atas *magnetic stirrer*.
4. Mengatur suhu larutan pada 80 °C dan diaduk konstan selama 2 jam.
5. Menyaring sekam padi dengan menggunakan kertas saring dan dicuci 5 kali dengan aquades masing-masing 300 mL selama 15 menit dengan pengadukan konstan pada suhu ruang untuk menghilangkan kandungan asam sitrat pada sekam padi.
6. Menyaring sekam padi hasil cucian menggunakan kertas saring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 3 jam.
7. Sekam padi dibakar dalam furnace pada suhu 700 °C selama 5 jam dengan laju pembakaran 5 °C/menit. Abu sekam padi hasil proses *leaching* ini dikarakterisasi XRF, XRD, FTIR, dan SEM-EDX sebagai sampel ASP.



Gambar 3.1. Grafik laju pembakaran 5 °C/menit

3. Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi dengan Metode Pengendapan

Sintesis silika dilakukan dengan metode pengendapan dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menimbang abu sekam padi sebanyak 7,51 gram.
2. Mencuci abu sekam padi dengan aquades sebanyak 5 x 50 mL untuk menetralkan pH dan membuang pengotor.
3. Abu sekam padi yang sudah dicuci, di-*leaching* dengan HCl 6 N selama 1,5 jam pada suhu 100 °C untuk membuang logam pengotor, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan corong.
4. Abu sekam padi dibilas dengan menggunakan aquades panas sebanyak 5 x 50 mL.
5. Abu sekam padi diekstrak dalam larutan NaOH 2,5 N dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 80 °C selama 1,5 jam untuk menghilangkan karbon, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan corong.
6. Residu yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades panas sebanyak 20 mL untuk menyempurnakan ekstraksi sodium silikat (Na_2SiO_3).
7. Menambahkan H_2SO_4 tetes demi tetes ke dalam larutan sodium silikat hingga pH menjadi 2 dengan pengadukan konstan dan suhu ruang untuk memperoleh endapan.
8. Endapan disaring dan dicuci dengan aquades mendidih sebanyak 10 x 50 mL.
9. Hasil endapan dioven pada suhu 100 °C selama 24 jam.
10. Serbuk digerus selama 3 jam menggunakan *mortar* dan *pestle* untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih halus. Hasil dari proses ini,

dikarakterisasi XRF, DTA-TGA, XRD, FTIR, dan SEM-EDX sebagai Sampel SP.

11. Serbuk yang diperoleh, kemudian dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 5 jam dengan laju pembakaran 5 °C/menit.
12. Setelah selesai, sampel dibiarkan dingin di dalam *furnace* dan dikeluarkan.
13. Serbuk silika setelah dikalsinasi ini, kemudian dikarakterisasi dengan XRF, XRD, FTIR, dan SEM-EDX sebagai sampel SPK.

4. Karakterisasi

a. Karakterisasi XRF

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur dalam suatu material. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses XRF adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan diuji.
2. Meletakkan sampel di dalam sampel *holder*. Memastikan bagian bawah *holder* tertutupi seluruhnya oleh sampel karena bagian inilah yang akan ditembaki oleh sinar-X.
3. Setelah sampel siap pada sampel *holder*, menutup *lid* dan menghidupkan XRF menggunakan tombol *on*.
4. Analisis akan langsung berjalan dengan menggunakan tombol sinar-X. Sinar-X akan mengenai sampel untuk beberapa saat.
5. Sinar-X yang mengenai sampel akan meneruskan ke detektor dan selanjutnya menganalisis unsur-unsur yang terkandung dalam sampel.
6. Hasil akan muncul pada layar.

b. Karakterisasi DTA-TGA

Karakterisasi menggunakan DTA-TGA dilakukan untuk menganalisis sifat termal dan stabilitas bahan. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses DTA-TGA adalah:

1. Menyiapkan cawan platina kosong untuk digunakan sebagai sampel referensi dan memasukkan serbuk sampel kalsium silikat ke dalam cawan platina.
2. Meletakkan kedua cawan platina pada posisi vertikal di *sample holder* dengan memutar posisi *furnace* ke arah sampel holder yang dilanjutkan dengan mengatur *setting* temperatur yaitu $T_{start} = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{pengukuran} = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ *heating read* (kenaikan suhu = $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$).
3. Kemudian menekan tombol *power furnace* pada posisi “ON” untuk pemanasan akan bekerja sesuai dengan program yang telah diatur, saat inilah grafik pada monitor komputer akan terlihat dan akan diamati sampai temperatur $T_{pengukuran}$ tercapai menurut program yang telah diatur. Apabila $T_{pengukuran}$ telah tercapai maka *power furnace* dapat dimatikan yaitu pada posisi “Off” dan selanjutnya melakukan *print* hasil pengukuran.

c. Karakterisasi XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal bahan. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses XRD adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, kemudian merekatkannya pada kaca dan memasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sample holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sample holder* kemudian meletakkannya pada *sample stand* di bagian *goniometer*.

3. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut *file* data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin *printer*.
6. Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).
8. Setelah data diperoleh analisis kualitatif dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standard (*Power Diffraction File Database*).

d. Karakterisasi FTIR

Uji FTIR ini dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi yang terdapat pada sampel dan pembanding. Adapun langkah-langkah dalam uji FTIR ini adalah sebagai berikut:

1. Menghaluskan kristal KBr murni dalam *mortar* dan *pestle* kemudian mengayak KBr tersebut.
2. Menimbang KBr halus yang sudah diayak seberat $\pm 0,1$ gram, kemudian menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa ± 1 % dari berat KBr.

3. Mencampur KBr dan sampel ke dalam *mortar* dan *pestle* mengaduk sampai tercampur merata.
4. Menyiapkan cetakan *pellet*.
5. Mencuci bagian sampel, *base* dan *tablet frame* dengan *cloroform*.
6. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
7. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
8. Meletakkan cetakan pada pompa hidrolik kemudian diberi tekanan ± 8 *gauge*.
9. Menghidupkan pompa vakum selama 1 menit.
10. Mematikan pompa vakum dan menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
11. Melepaskan *pellet* KBr yang sudah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada *tablet holder*.
12. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan komputer.
13. Klik "*shortcut* 8400" pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
14. Menempatkan sampel dalam alat interferometer pada komputer klik FTIR 8400 dan mengisi data file.
15. Klik "*sample start*" untuk memulai, dan untuk memunculkan harga bilangan gelombang klik "*clac*" pada menu, kemudian klik "*peak table*" lalu klik "*OK*".
16. Mematikan komputer, alat interferometer dan sumber arus listrik.

e. Karakterisasi SEM-EDX

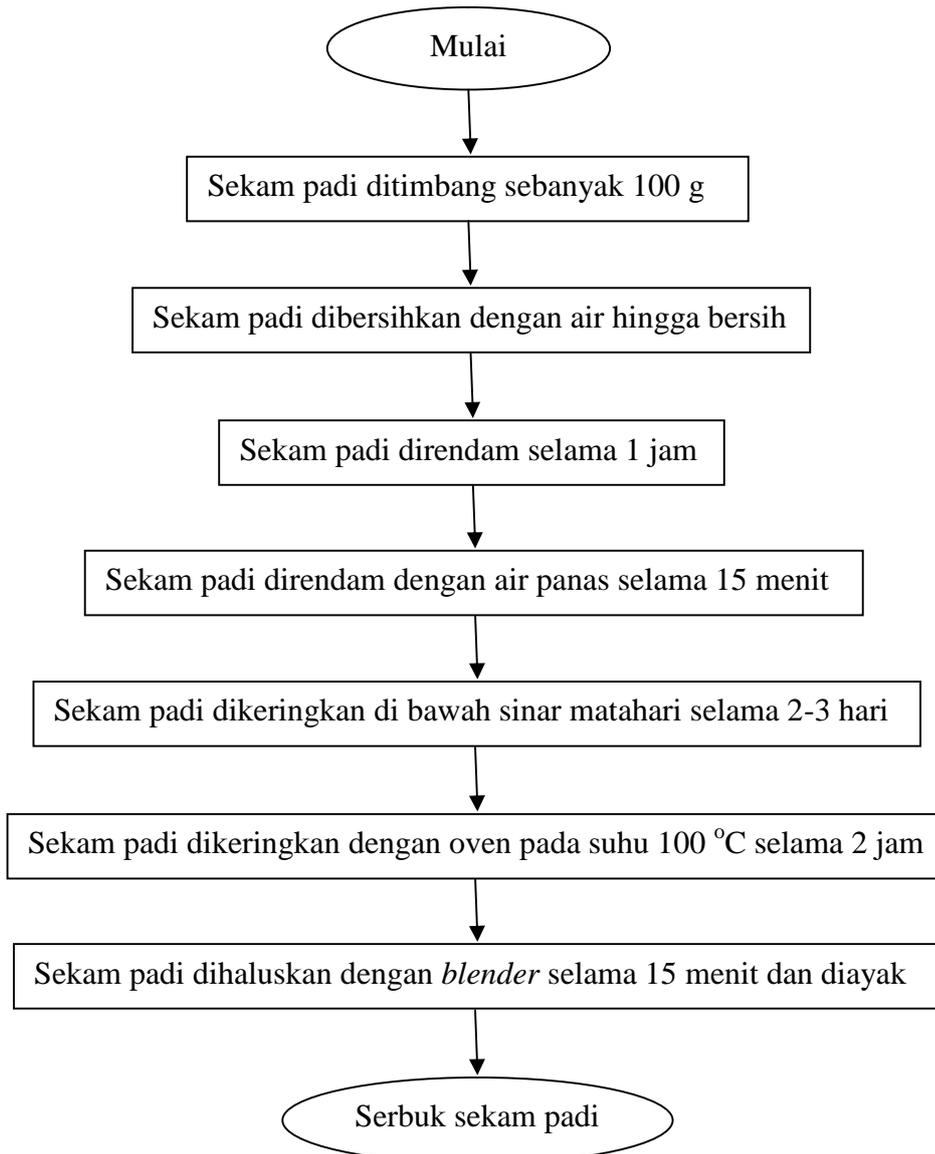
Karakterisasi SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur bahan.

Langkah-langkah dalam proses SEM-EDX adalah:

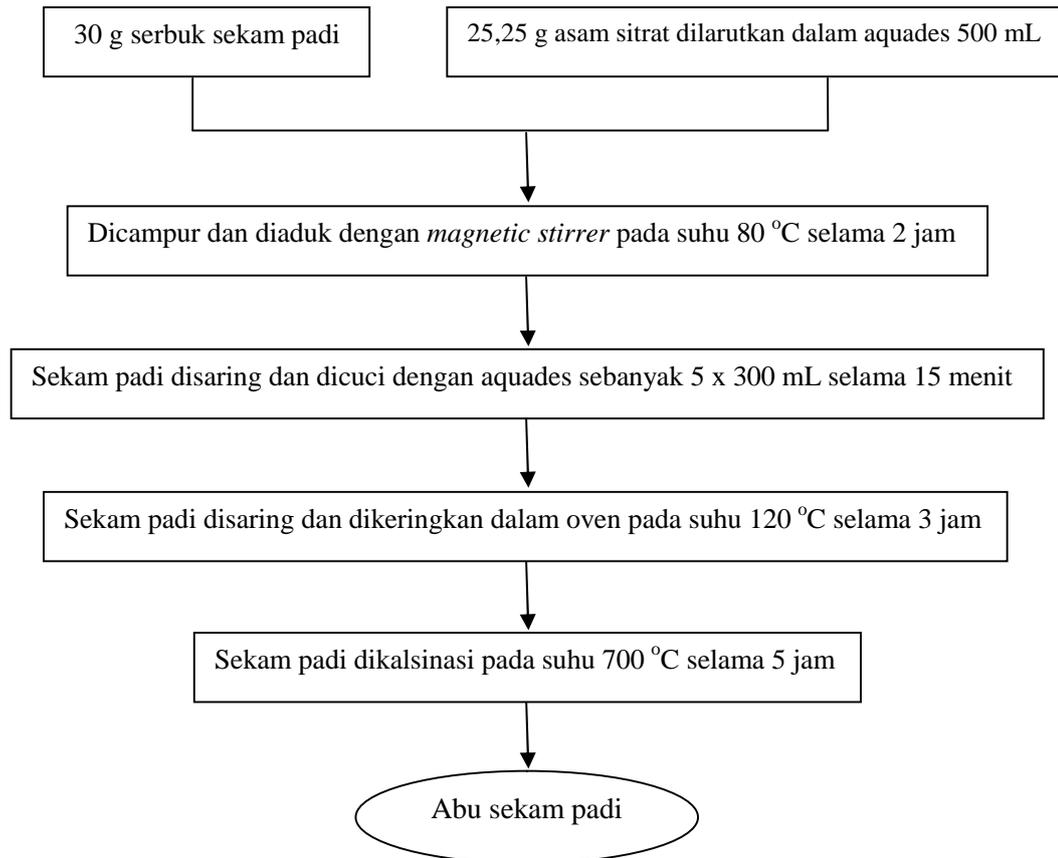
1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacuum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
3. Sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke *amplifier* untuk memperkuat sinyal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

D. Diagram Alir

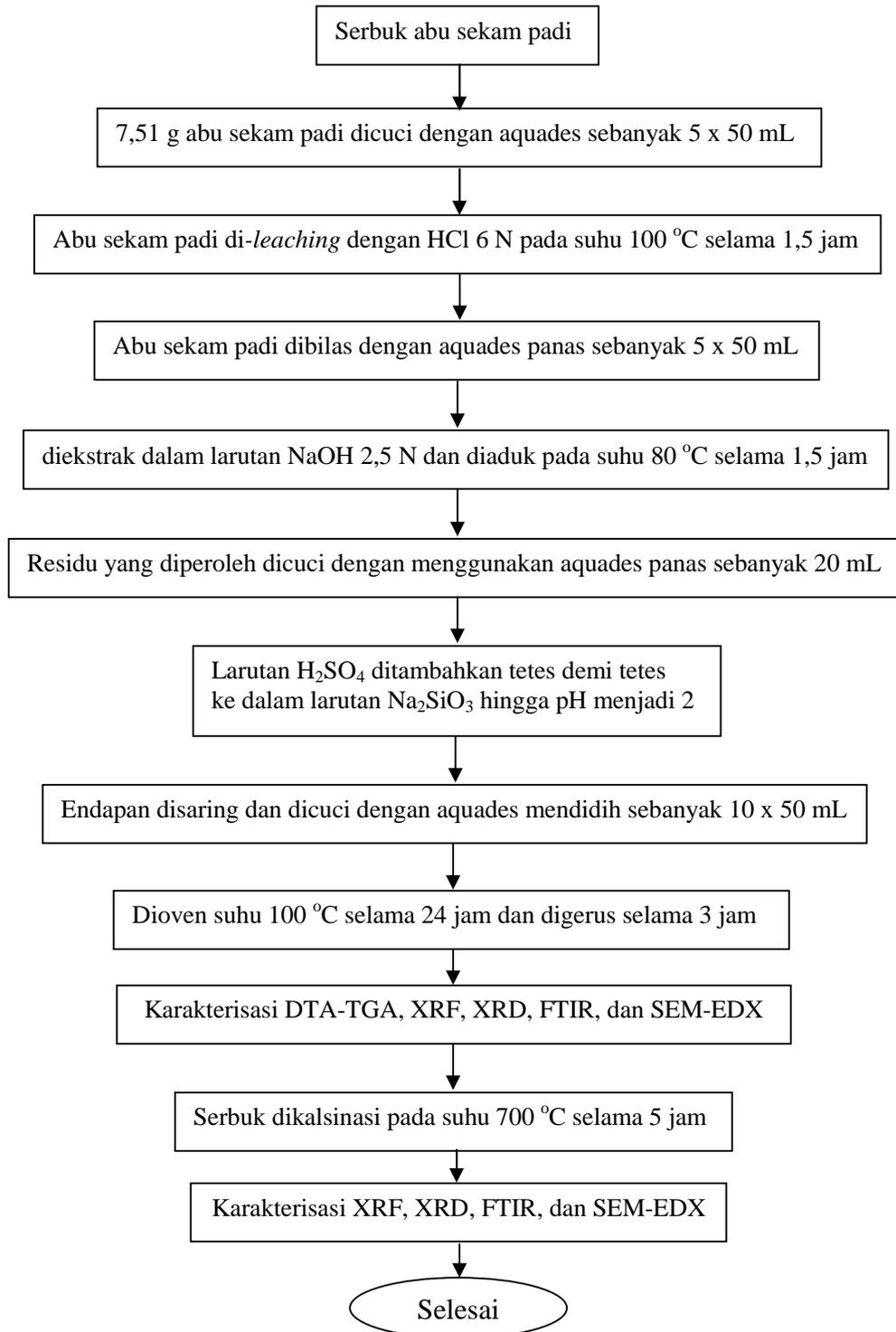
Gambar 3.2, 3.3, dan 3.4 masing-masing menunjukkan diagram alir dari proses preparasi sekam padi, preparasi abu sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan asam sitrat, dan sintesis silika sekam padi dengan metode pengendapan.



Gambar 3.2. Diagram alir preparasi sekam padi.



Gambar 3.3. Diagram alir preparasi abu sekam padi menggunakan metode *leaching*.



Gambar 3.4. Diagram alir sintesis silika sekam padi dengan metode pengendapan.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil analisis XRF silika pada sampel ASP, SP dan SPK masing-masing sebesar 96,411 %, 96,824 %, dan 96,448 %.
2. Hasil analisis DTA silika dengan metode pengendapan menunjukkan adanya puncak-puncak endotermik pada suhu 70 °C, 393 °C, 470 °C, dan 883 °C masing-masing terjadinya penguapan air, pembakaran karbon dan bahan-bahan volatil lainnya, dan transformasi fase tridimit. Sedangkan hasil analisis TGA, total penyusutan massa sebesar 19,23 % dari massa awal.
3. Hasil analisis XRD sampel ASP, SP, dan SPK menghasilkan puncak tertinggi pada 2θ masing-masing sebesar 23,28°, 23,26°, dan 21,77° yang menunjukkan silika dengan fase *amorf*.
4. Hasil analisis FTIR ketiga sampel menunjukkan terbentuknya gugus fungsi -OH, Si-OH, Si-O-Si, Si-O, dan O-Si-O. Gugus fungsi Si-O-Si muncul pada ketiga sampel yang menunjukkan karakteristik silika.
5. Hasil analisis SEM sampel ASP menunjukkan struktur permukaan tampak seperti gumpalan yang memiliki bentuk tidak teratur. Untuk SP menunjukkan struktur permukaan berbentuk seperti bola-bola yang menggumpal.

Sedangkan SPK menunjukkan struktur permukaan yang kasar dan bentuknya tidak beraturan. Serta hasil EDX diperoleh unsur yang terbentuk adalah Si dan O pada ketiga bahan.

B. Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan agar dilakukan pengujian karakterisasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengetahui mikrostruktur agar bentuk partikel nano bisa terlihat. Serta diharapkan lebih berhati-hati dalam memperlakukan dan penyimpanan bahan setelah disintesis agar bahan tidak terkontaminasi dengan udara dan membentuk senyawa lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Anthony, R. 2001. *Basic Solid State Chemistry, 2nd Edition*. John Wiley and Sons, Inc. London. Hal. 203-210.
- Amin, G. 2012. ZnO and CuO Nanostructures: Low Temperature Growth, Characterization, Their Optoelectronic and Sensing Applications. *Dissertation*. Linköping University. Norrköping.
- Badar, R., dan Qureshi, S. A. 2014. Composted Rice Husk Improves the Growth and Biochemical Parameters of Sunflower Plants. *Journal of Botany*. Vol. 2014. Hal. 1-6.
- Barkakati, P., Bordoloi, D., dan Borthakur, P. C. Paddy Husk as Raw Material and Fuel for Making Portland Cement. *Cement and Concrete Research*. Vol. 24, No. 4. Hal. 613-620.
- Bhadeshia, H.K. 2002. *Thermal Analysis Techniques: Material Science and Metallurgy*. University of Cambridge. Cambridge.
- Bhatia, R. B. dan Brinker, C. J. 2000. Aqueous Sol-gel Process for Protein Encapsulation. *Chemical Materials*. Vol. 12, No. 8. Hal. 2434-2441.
- Boisen, M. B., Gibbs, G. V., dan Bukowinski, M. S. T. 1994. Framework Silica Structures Generated using Simulated Annealing with a Potential Energy Function Based On an $H_6Si_2O_7$ Molecule. *Physics and Chemistry of Minerals*. Vol. 21, No. 5. Hal. 269-284.
- BPS. 2018. *Ringkasan Eksekutif Luas Panen dan Produksi Beras di Indonesia 2018*. Badan Pusat Statistik. Jakarta.
- Bronzeoak Ltd. 2003. *Report of the Rice Husk Ash Market Study*. Bronzeoak Ltd. UK.

- Carmona, V. B., Oliveira, R. M., Silva, W. T. L., Mattoso, L. H. C., dan Marconcini, J. M. 2013. Nanosilica from Rice Husk: Extraction and Characterization. *Industrial Crops and Products*. Vol. 43, No. 1. Hal. 291-296.
- Chakraverty, A., Mishra, P., dan Banerjee, H. D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid-leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Materials Science*. Vol. 23, No. 1. Hal. 21-24.
- Chandrasekar, S., Pramada, P. N., dan Praveen, L. 2005. Effect of Organic Acid Treatment on the Properties of Rice Husk Silica. *Journal of Materials Science*. Vol. 40, No. 24. Hal. 6535-6544.
- Chandrasekar, S., Satyanarayana, K. G., Pramada, P. N., dan Raghavan, P. 2003. Processing, Properties and Application of Reactive Silica from Rice Husk. *Journal of Materials Science*. Vol. 38, No. 15. Hal. 3159-3168.
- Conradt, R., Pimkhaokham, P., dan Leela-Adisorn, U. 1992. Nanostructured Silica from Rice Husk. *Journal of Non-Crystalline Solids*. Vol. 145. Hal. 75-79.
- Cullity, B. D. 1956. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley. USA.
- Della, V. P., Kuhn, I., dan Hotza, D. 2002. Rice Husk Ash as an Alternate Source for Active Silica Production. *Materials Letters*. Vol. 57. Hal. 818-821.
- Dominic, C. D. Sabura Begum, P. M., Joseph, R., dan Jose, A. R. 2014. Rice Husk Silica-Efficient Bio Filler in High Density Polyethylene. *International Journal of Advanced Scientific and Technical Research*. Vol. 2, No. 4. Hal. 561-569.
- Fatimah, S. 2018. Identifikasi Kandungan Unsur Logam menggunakan XRF dan OES sebagai Penentu Tingkat Kekerasan Baja Paduan. *Skripsi*. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Gedde, U. W. 1995. *Polymer Physics*. Chapman and Hall. London.
- Geetha, D., Ananthiand, A., dan Ramesh, P. S. 2016. Preparation and Characterization of Silica Material from Rice Husk Ash-an Economically Viable Method. *Journal of Pure and Applied Physics*. Vol. 4, No. 3. Hal. 20-26.

- Giddel, M. R., dan Jivan, A. P. 2007. Waste to Wealth, Potential of Rice Husk in India a Literature Review. *International Conference on Cleaner Technology and Environmental Management PEC*. Hal. 586-590.
- Ginanjari, R. R., Ma'ruf, A., dan Mulyadi, A. H. 2014. Silika dari Abu Sekam Padi menggunakan Pelarut NaOH. *Prosiding Seminar Nasional Hasil Penelitian dan Pengabdian LPPM UMP 2014*. ISBN 978-602-14930-3-8.
- Griffiths, P. R. 1975. *Chemical Infrared Fourier Transform*. John Willey & Sons. Toronto.
- Hammer, A. 2013. *Thermal Analysis of Polymers*. Mettler Toledo. Switzerland.
- Haq, I. U., Akhtar, A., dan Malik, A. 2014. Effect of Experimental Variables on the Extraction of Silica from the Rice Husk Ash. *Journal of Chemical Society of Pakistan*. Vol. 36, No. 3. Hal. 382-387.
- Hessien, M. M., Rashad, M. M., Zaky, R. R., Abdel-Aal, E. A., dan El-Barawy, K. A. 2009. Controlling the Synthesis Condition for Silica Nanosphere from Semi-burned Rice Straw. *Materials Science and Engineering*. Vol. 162, No. 1. Hal. 14-21.
- Hwang, C. L. dan Wu, D. S. 1989. Properties of Cement Paste Containing Rice Husk Ash. *American Concrete Institute*. Vol. 114. Hal. 733-762.
- Ibrahim, D. M., El-hemaly, S. A., Abo-el-enein, S. A., Hanafi, S., dan Helmy, M. 1980. Thermal Treatment of Rice-husk Ash: Effect of Time of Firing on Pore Structure and Crystallite Size. *Thermochimica Acta*. Vol. 37, No. 3. Hal. 347-351.
- Istiyono, E. 2000. *Fisika Zat Padat I*. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Jaya, R. P., Ab Wahab, M., Salwa, M. Z. M., Abu Bakar, B. H., Megat Johari, M. A., dan Wan Ibrahim, M. H. 2012. Thermal Analysis and Pozzolanic Index of Rice Husk Ash at Different Grinding Time. *Procedia Engineering*. Vol. 50. Hal. 101-109.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2002. An Improved Method for Production of Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. Vol. 85, No. 3. Hal. 285-289.

- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia. Jakarta. Hal. 216-217.
- Krishnarao, R. V., Subrahmanyam, J., dan Kumar, T. J. 2001. Studies on the Formation of Black Particles in Rice Husk Silica Ash. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 21, No. 1. Hal. 99-104.
- Le, V. H., Thuc, C. N. H., dan Thuc, H. H. 2013. Synthesis of Silica Nanoparticles from Vietnamese Rice Husk by Sol-gel Method. *Nanoscale Research Letters*. Vol. 8, No. 58. Hal. 1-10.
- Ledesma, E. F., Acosta, C. R., Garrido, M. L., Gonzalez, M. C., Bernal, M. M., Pileta, X. R., Hurtado, M. G., Quintana, P., dan Bartolo, P. 2012. Characterization of the Rice Production Waste for the Use in Pharmaceutical Industry. *Journal Material Environment Science*. Vol. 3, No. 4. Hal. 760-765.
- Li, Z., Zhang, J., Du, J., Han, B., dan Wang, J., 2006. Preparation of Silica Microrods with Nano-sized Pores in Ionic Liquid Microemulsions. *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*. Vol. 286, No. 1-3. Hal. 117-120.
- Liou, T. H. dan Wu, S. J. 2009. Characteristics of Microporous/mesoporous Carbons Prepared from Rice Husk Under Base- and Acid-treated Conditions. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 171, No. 1-3. Hal. 693-703.
- Lu, P. dan Hsieh, Y. 2012. Highly Pure Amorphous Silica Nano-Disks from Rice Straw. *Powder Technology*. Vol. 225. Hal. 149-155.
- Mahmud, A., Megat-Yusoff, P. S. M., Ahmad, F., dan Farezzuan, A. A. 2016. Acid Leaching as Efficient Chemical Treatment for Rice Husk in Production of Amorphous Silica Nanoparticles. *Journal of Engineering and Applied Sciences*. Vol. 11, No. 22. Hal. 13384-13388.
- Martin, J. I. 1938. The Desilification of Rice Hull and a Study of the Products Obtained. *Thesis*. Louisiana State University. Baton Rouge.
- Manivannan, R. dan Ramanathan, S. 2009. The Effect of Hydrogen Peroxide on Polishing Removal Rate in CMP with Various Abrasives. *Applied Surface Science*. Vol. 255, No. 6. Hal. 3764-3768.

- Matori, K. A., Haslinawati, M.M., Wahab, Z. A., Sidek, H. A. A., Ban, T. K., dan Ghani, W. A. W. A. K. 2009. Producing Amorphous White Silica from Rice Husk. *MASAUM Journal of Basic and Applied Sciences*. Vol. 1, No. 3. Hal. 512-515.
- Mittal, D. 1997. Silica from Ash: A Valuable Product from Waste Material. *Resonance*. Vol. 2, No. 7. Hal. 99-104.
- Momma, K. dan Izumi, F. 2011. VESTA 3 for Three-dimensional Visualization of Crystal, Volumetric and Morphology Data. *Journal of Applied Crystallography*. Vol. 44. Hal. 1272-1276.
- Monshizadeh, M., Rajabi, M., Ahmadi, M. H., dan Mohammadi, V. 2014. Synthesis and Characterization of Nano SiO₂ from Rice Husk Ash by Precipitation Method. *3rd National Conference on Modern Researches in Chemistry and Chemical Engineering*. Iran.
- Moosa, A. A. dan Saddam, B. F. 2017. Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk with Applications to Polymer Composites. *American Journal of Materials Science*. Vol. 7, No. 6. Hal. 223-231.
- Nurdina, A. 2016. Preparasi dan Karakterisasi Limbah Biomaterial Cangkang Kerang Simpson (*Amusium pleuronectes*) dari Daerah Teluk Lampung sebagai Bahan Dasar Biokeramik. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Osman, R., Abdullah, N. H., Matori, K. A., Hamidon, M. N., Ismail, I., dan Mustafa, S. 2017. Effect of Temperature towards Rice Husk Silica Characterization with Different Preparation Method. *International Journal of Basic and Applied Sciences*. Vol. 17, No. 1. Hal. 15-20.
- Palanivelu, R., Manivasakan, P., Dhineshabu, N. R., dan Rajendran, V. 2016. Comparative Study on Isolation and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Different Grades of Rice Hulls. *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*. Vol. 46, No. 3. Hal. 445-452.
- Patel, M., A. Karera dan P. Prasanna 1987. Effect of Thermal and Chemical Treatment on Carbon and Silica Contents in Rice Husk. *Journal of Material Science*. Vol. 22, No. 7. Hal. 2457-2464.
- Patil, R. C., Dongre, R., dan Meshram, J. 2014. Preparation of Silica Powder from Rice Husk. *Journal of Applied Chemistry*. ISSN: 2278-5736. Hal. 26-29.

- Rafiee, E., Shahebrahimi, S., Feyzi, M., dan Shaterzadeh, M. 2012. Optimization of Synthesis and Characterization of Nanosilica Produced from Rice Husk (a Common Waste Material). *International Nano Letters*. Vol. 2, No. 29. Hal. 1-8.
- Rahman, I. A., Ismail, J., dan Osman, H. 1997. Effect of Nitric Acid Digestion on Organic Materials and Silica in Rice Husk. *Journal of Materials Chemical*. Vol. 7, No. 8. Hal. 1505-1509.
- Ramadhansyah, P. J., Mahyun, A. W., Salwa, M. Z. M., Abu Bakar, B. H., Megat Johari, M. A., Wan Ibrahim, M. H. 2012. Thermal Analysis and Pozzolanic Index of Rice Husk Ash at Different Grinding Time. *Procedia Engineering*. Vol. 50. Hal. 101-109.
- Real, C., Alcala, M. D., dan Criado, J. M. 1996. Preparation of Silica from Rice Husks. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 79, No. 8. Hal. 2012-2016.
- Robert, F.S. 1994. *Thermal Analysis of Materials*. Marcell Dekker, Inc. Madison Avenue. New York.
- Rosalia, R., Asmi, D., dan Ginting, E. 2016. Preparasi dan Karakterisasi Keramik Silika (SiO_2) Sekam Padi dengan Suhu Kalsinasi $800\text{ }^\circ\text{C} - 1000\text{ }^\circ\text{C}$. *Jurnal Teori dan Aplikasi Silika*. Vol. 4, No. 1. Hal. 101-106.
- Rozainee, M., Ngo, S. P., Salema, A. A., Tan, K. G., Ariffin, M., dan Zainura, Z. N. 2008. Effect of Fluidising Velocity on the Combustion of Rice Husk in a Bench-scale Fluidised Bed Combustor for the Production of Amorphous Rice Husk Ash. *Bioresource Technology*. Vol. 99, No. 4. Hal. 703-713.
- Sanders, M. J., Leslie, M., dan Catlow, C. R. A., 1984. Interatomic Potentials for SiO_2 . *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*. No. 19. 1271-1273.
- Saudi, H. A., Salem, S. M., Mohammad, S. S., Mostafa, A. G., dan Hassaan, M. Y. 2015. Utilization of Pure Silica Extracted from Rice Husk and FTIR Structural Analysis of the Prepared Glasses. *American Journal of Physics and Applications*. Vol. 3, No. 3. Hal. 97-105.
- Schneider, C. A., Rasband, W. S., dan Eliceiri, K. W. 2012. NIH Image to ImageJ: 25 Years of Image Analysis. *NAT Methods*. Vol. 9, No. 7. Hal. 671-675.

- Sembiring, S. dan Simanjuntak, W. 2015. *Silika Sekam Padi: Potensinya sebagai Bahan Baku Keramik Industri*. Plantaxia. Yogyakarta.
- Setiabudi, A., Hardian, R., dan Mudzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. UPI Press. Bandung.
- Sharafudeen, R., Al-Hashim, J. M., Al-Harbi, M. O., Al-Ajwad, A. I., dan Al-Waheed, A. A. 2017. Preparation and Characterization of Precipitated Silica using Sodium Silicate Prepared from Saudi Arabian Desert Sand. *Silicon*. Vol. 9, No. 6. Hal. 917-922.
- Shriver, D. F. dan Atkins, P. W. 2006. *Inorganic Chemistry, 4th Edition*. Oxford University Press. Oxford. Hal. 189-190.
- Shwetha, M. K., Geethanjali, H. M., dan Chowdary, K. 2014. A Great Opportunity in Prospective Management of Rice Husk. *International Journal of Commerce and Business Management*. Vol. 7, No. 1. Hal. 176-180.
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Erlangga. Jakarta. Hal. 13.
- Sipahutar, D. 2010. *Teknologi Briket Sekam Padi*. Badan Pelayanan Perizinan Terpadu. Riau.
- Siquera, E. J., Yoshida, I. V. P., Pardini, L. C., dan Schiavon, M. A. 2009. Preparation and Characterization of Ceramic Composites Derived from Rice Husk Ash and Polysiloxane. *Ceramics International*. Vol. 35, No. 1. Hal. 213-220.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R. J. 2000. *Metalurgi Fisika Modern dan Rekayasa Material*, Terjemahan Sriati Djaprie. Erlangga. Jakarta.
- Soltani, N., Bahrami, A., Pech-Canul, M. I., dan Gonzalez L. A. 2015. Review on the Physicochemical Treatments of Rice Husk for Production of Advanced Materials. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 264. Hal. 899-935.
- Sriyanti, T., Nuryono, dan Narsito. 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-silika dari Abu Sekam Padi melalui Proses Sol-gel. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol. 8, No. 1. Hal. 1-8.

- Suka, I. G., Simanjuntak, W., Sembiring, S., dan Trisnawati, E. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA*. No. 1. Hal. 47-52.
- Sumijanto dan Karlina, I. 2008. Analisis Proses Reaksi Dekomposisi Asam Sulfat pada Produksi Hidrogen Termokimia. *Prosiding: Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Yogyakarta.
- Supu, A. 2012. *Aplikasi Material Silikon pada Divais Elektronik dan Optoelektronika*. PTK Press. Kupang. Hal. 15.
- Surdia, T. dan Saito. 1999. *Pengetahuan Bahan Teknik, Cetakan Keempat*. PT Pradnya Paramita. Jakarta.
- Thuadaj, N. dan Nuntiya, A. 2008. Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method. *Chiang Mai Journal Science*. Vol. 35, No. 1. Hal. 206-211.
- Todkar, B. J., Deorukhkar O. A., dan Deshmukh, S. M. 2016. Extraction of Silica from Rice Husk. *International Journal of Engineering Research and Development*. Vol. 12, No. 3. Hal. 69-74.
- Ugheoke, B. M., Onche, E. O., Namessan, O. N., dan Asikpo, G. A. 2006. Property Optimization of Kaolin-rice Husk Insulating Fire Bricks. *Journal of Practices and Technologies*. Vol. 9. Hal. 167-178.
- Umeda, J. dan Kondoh, K., 2010. High-purification of Amorphous Silica Originated from Rice Husk by Combination of Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32, No. 3. Hal. 539-544.
- Vida, S., Jumate, N., Chicinas, I., dan Batin, G. 2004. Applications of Scanning Electron Microscopy (SEM) in Nanotechnology and Nanoscience, Rome. *Journal Physics*. Vol. 49, No. 9-10. Hal. 955-965.
- Vieira, M. G. A., de Almeida Neto, A. F., dan Carlos da Silva, M. G. 2012. Characterization and Use of in Natura and Calcined Rice Husks for Biosorption of Heavy Metals Ions from Aqueous Effluents. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. Vol. 29, No. 3. Hal. 619-633.

- Wang, Z. L., Gao, R. P., Gole, J. L., dan Stout, J. D. 2000. Silica Nanotubes and Nanofiber Arrays. *Journal Advanced Materials*. Vol. 12, No. 24. Hal. 1938-1940.
- Wang, Z., Yang, H., Wang, L., dan Zhao, M. 1997. Preparation of Ultrafine SiO₂ with High Surface Area by the Chemical Precipitation Method. *Materials Science and Engineering*. Vol. 48, No. 3. Hal. 211-214.
- Warren, B. E. 1969. *X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Massachusetts.
- Yadav, J. P. dan Singh, B. R. 2011. Study on Comparison of Boiler Efficiency Using Husk and Coal as Fuel in Rice Mill. *Journal of Physical Sciences, Engineering and Technology*. Vol. 2, No. 2. Hal. 2229-7111.
- Yalcin, N. dan Sevinc, V. 2001. Studies on Silica Obtained from Rice Husk. *Ceramics International*. Vol. 27, No. 2. Hal. 219-224.
- Yuvakkumar, R., Elango, V., Rajendran, V., dan Kannan, N. 2012. High-purity Nano Silica Powder from Rice Husk Using a Simple Chemical Method. *Journal of Experimental Nanoscience*. Vol. 9, No. 3. Hal. 272-281.
- Zhang, J., Postovit, L. M., dan Wang, D. 2009. In Situ Loading of Basic Fibroblast Growth Factor within Porous Silica Nanoparticles for a Prolonged Release. *Nanoscale Research Letters*. Vol. 4, No. 11. Hal. 1297-1302.
- Zhang, W. dan Zhao, M. 2010. Fluidisation Behavior of Silica Nanoparticles Under Horizontal Vibration. *Journal of Experimental Nanoscience*., Vol. 5, No. 1. Hal. 69-82.