

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK
SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN
METODE *LEACHING***

Skripsi

Oleh

**AHMAD NASRULLOH
1517041057**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN METODE *LEACHING*

Oleh

AHMAD NASRULLOH

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik silika sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan tujuan untuk mengetahui komposisi kimia, struktur, gugus fungsi, sifat termal dan bentuk morfologi yang terbentuk pada silika sekam padi menggunakan metode *leaching*. Hasil analisis TGA SPSR dan SP80 adanya penurunan massa berturut turut pada suhu 106 °C dan 105 °C sebesar 7,68 %, dan 8,34 %. Terjadi penyusutan massa berturut turut pada Suhu 200 °C - 370 °C sebesar 41,49 % dan 45,14 %. Kembali terjadi susut massa berturut turut pada suhu 370 °C - 600 °C sebesar 50,18 % dan 53,65 %. Analisis XRF menghasilkan silika tertinggi pada suhu 1000 °C yaitu sekitaran 98,849 %. Analisis XRD menunjukkan struktur *amorf* dari sampel suhu ruang sampai suhu 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C dan 1000 °C dengan puncak tertinggi pada $2\theta = 20,073^\circ$. Analisis FTIR silika sekam padi menunjukkan terbentuknya gugus fungsi Si-OH, OH, Si-O-Si, dan O-Si-O. Analisis SEM SPSR menunjukkan struktur permukaan tampak tidak rata dan adanya gumpalan (*agglomerated*) pada sampel tanpa perlakuan, sedangkan pada SP1000 °C struktur permukaan tampak sedikit rata di bandingkan SPSR.

Kata Kunci: Sekam padi, *Leaching*, DTA, XRF, XRD, FTIR, SEM.

ABSTRACT

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN METODE *LEACHING*

By

AHMAD NASRULLOH

Research has been carried out on the effect of calcination temperature on the characteristics of rice husk silica using the leaching method with the aim of knowing the chemical composition, structure, functional groups, thermal properties and morphological forms formed on rice husk silica using the leaching method. The results of the TGA SPSR and SP80 analysis showed that there was a decrease in mass, respectively, at temperatures of 106 °C and 105 °C of 7,68 % and 8,34 %, respectively. Mass shrinkage occurred respectively at temperatures of 200 - 370 °C by 41,49 % and 45,14 %. Again, mass loss occurred at a temperature of 370 - 600 °C of 50,18% and 53.65%, respectively. XRF analysis produces the highest silica at a temperature of 1000 °C which is around 98.849 %. XRD analysis showed the amorphous structure of the samples at room temperature to temperatures of 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C and 1000 °C with the highest peak at $2\theta = 20.073^\circ$. FTIR analysis of rice husk silica showed the formation of functional groups Si-OH, OH, Si-O-Si, and O-Si-O. SPSR SEM analysis showed that the surface structure looked uneven and the presence of lumps (agglomerated) in the untreated sample, while in SP1000 °C the surface structure looked slightly flat compared to SPSR.

Kata Kunci: Sekam padi, *Leaching*, DTA, XRF, XRD, FTIR, SEM.

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK
SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN
METODE *LEACHING***

Oleh

AHMAD NASRULLOH

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
2022**

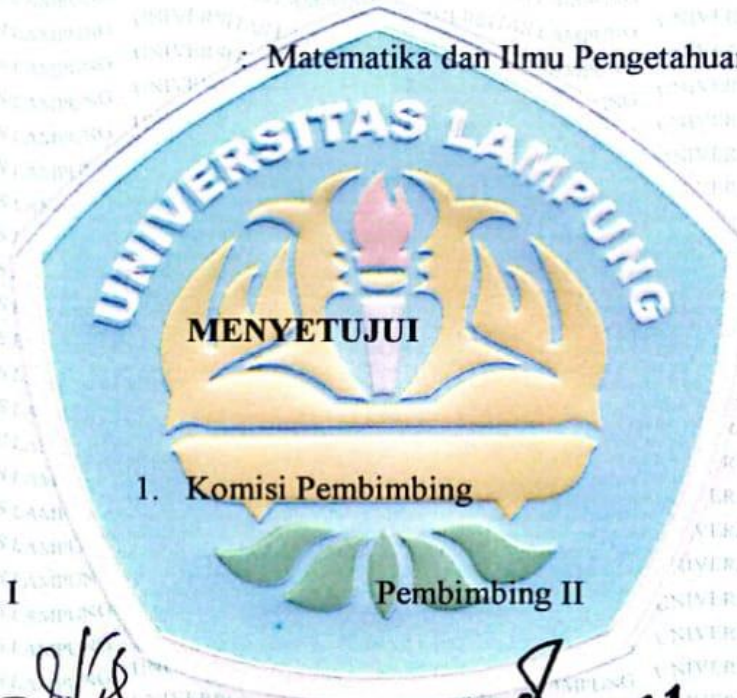
Judul Skripsi : **PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK SILIKA SEKAM PADI MENGGUNAKAN METODE *LEACHING***

Nama Mahasiswa : Ahmad Nasrulloh

Nomor Pokok Mahasiswa : 1517041057


Jurusan : Fisika

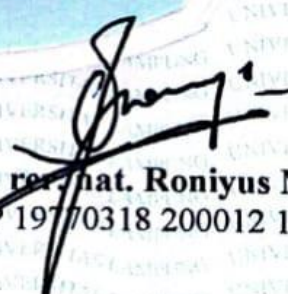
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



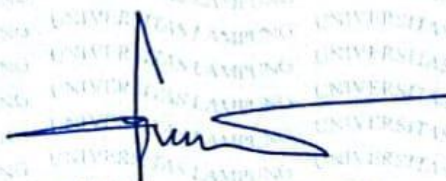
Pembimbing I

Pembimbing II


Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.
NIP 19631228 198610 2 001


Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, M.Si.
NIP 19770318 200012 1 003

Ketua Jurusan Fisika


Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.
NIP 198001010 200501 1 002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

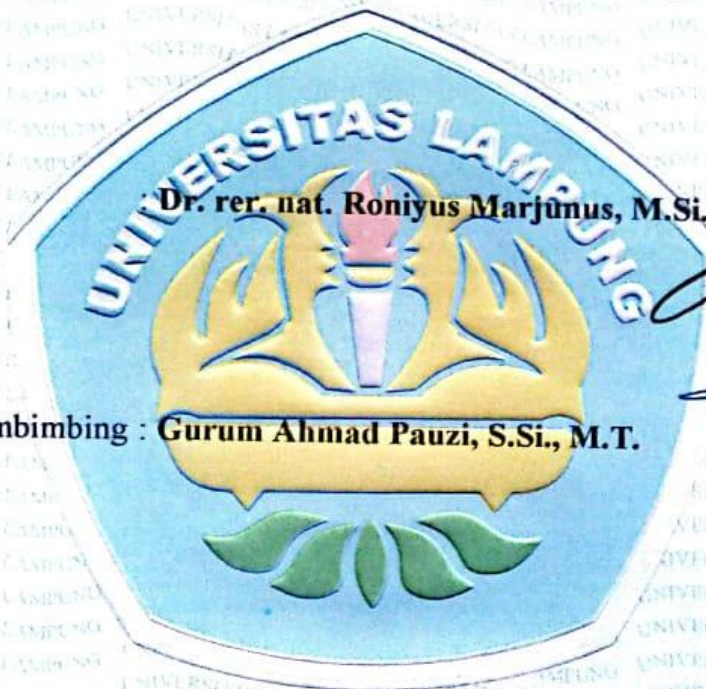
Ketua : Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.



Sekretaris : Dr. rer. nat. Roniyus Marjūnus, M.Si.



**Penguji
Bukan Pembimbing : Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.
NIP. 19740705 200003 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 31 Mei 2022

PERNYATAAN

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

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

Bandar Lampung, 31 Mei 2022



Ahmad Nasrulloh
NPM. 1517041057

RIWAYAT HIDUP



Penulis yang bernama lengkap Ahmad Nasrulloh dilahirkan pada 18 Oktober 1997 di Desa Wargomulyo, Kec. Pardasuka, Kab. Pringsewu, anak ke-1 dari pasangan Bapak Suprpto dan Alm. Ibu Sumiyati. Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di SD 3 Wargomulyo pada tahun 2009, lalu SMP N 1 Sumberagung pada tahun 2012 dan melanjutkan ke SMA N 1 Ambawara pada tahun 2015. Penulis terdaftar sebagai mahasiswa S1 Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN pada tahun 2015. Kemudian, mengambil KBK Fisika Material pada tahun 2017. Penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di LIPI UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung dan melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Tampang Tua, Kec. Pematang Sawa, Kab. Tanggamus, Lampung.

PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmanirrohim

Dari hati yang terdalam dan kerendahan hati serta rasa syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan kasih sayang dan segala nikmat-Nya, kupersembahkan karya kecil ini kepada:

Kedua orang tua tersayang, **Bapak Suprpto.** Dan **Alm. Ibu Sumiyati.**

“Terima kasih atas kasih sayang, pengorbanan serta doa yang selalu dipanjatkan untuk kelancaran dan keberhasilanku”

Istriku **Yemi Putri Utami** dan Anakku **Qais Muhammad Nasrulloh**

“Terima kasih selalu memberikan doa, motivasi, penyemangat dan saran”

Serta Almamater Tercinta
“**UNIVERSITAS LAMPUNG**”

SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena atas rahmat dan hidayah-Nya skripsi ini dapat diselesaikan. Semoga shalawat dan salam sanantiasa tercurahkan kepada baginda Rasulullah Muhammad SAW beserta seluruh keluarga dan sahabatnya. Penulis benar-benar menyadari bahwa dalam tulisan ini masih banyak sekali kekurangan atau kesalahan disana-sini, kepada para pembaca penulis meminta kritik dan sarannya dan hanya kepada Allah *subhanahu wata'ala* penulis selalu memohon ampunan. Dalam sanwacana ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung;
2. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Unila dan pembahas yang telah memberikan masukan serta saran-saran selama penulisan skripsi ini;
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku Pembimbing I yang telah dengan sabar membimbing dan memberikan arahan yang sangat baik;
4. Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, M.Si. selaku Pembimbing II atas pelajaran kepenulisan yang baik sehingga skripsi ini dapat lebih tertata;
5. Bapak Drs. Amir Supriyanto, M.Si. selaku Pembimbing Akademik, serta seluruh Dosen dan Staf Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung;

6. Bapak dan Mamak, yakni Bpk. Suprpto da Alm. Ibu Sumiyati yang tak henti-hentinya mendo'akan penulis agar selalu sehat dan sukses dimana-pun berada;
7. Istri Yemi Putri Utami dan anak Qais Muhammad Nasrulloh atas segala bantuan, motivasi, semangat, dan lain-lain;
8. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Semoga segala kebaikan-kebaikan tersebut mendapatkan balasan yang berlimpah ruah dari Ya Razzaq, dan tulisan yang sangat singkat ini semoga mampu memberikan manfaat kepada penulis khususnya dan para pembaca pada umumnya.

MOTTO

Jangan Menyerah Untuk Mencoba Dan Jangan Mencoba Untuk Menyerah
(Yemi Putri Utami)

Ilmu Tanpa Agama Buta, Agama Tanpa Ilmu Lumpuh
(Albert Einstein)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, yang telah memberikan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Karakteristik Silika Sekam Padi Menggunakan Metode *Leaching*”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 31 Mei 2022

Penulis,



Ahmad Nasrulloh

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xvii
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Sekam Padi	6
2.2. Silika	7
2.3. Struktur Kristal dan <i>Amorf</i>	8
2.3.1. Kristal	8
2.3.2. <i>Amorf</i>	9
2.4. Karakterisasi	9
2.4.1. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	9
2.4.2. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	11
2.4.3. <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	12
2.4.4. <i>Thermogravimetric/Differential Thermal Analysis (TG/DTA)</i>	13
2.4.5. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM/EDS)</i>	14
III. METODE PENELITIAN	
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.2. Alat dan Bahan Penelitian	16
3.2.1. Alat	16

3.2.2. Bahan	16
3.3. Metode Penelitian	17
3.3.1. Preparasi Sekam Padi	17
3.3.2. Sintesis Silika Sekam Padi Dengan Metode <i>Leaching</i> Asam Sitrat	17
3.4. Karakterisasi	18
3.4.1. Karakterisasi TG/DTA	18
3.4.2. Karakterisasi XRD	19
3.4.3. Karakterisasi XRF	20
3.4.4. Karakterisasi FTIR	20
3.4.5. Karakterisasi SEM	21
3.5. Diagram Alir	22
3.5.1. Preparasi Skam Padi	22
3.5.2. Sintetis Silika Sekam Padi Dengan Metode <i>Leaching</i>	23

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan	37
5.2. Saran	38

DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Diagram alir preparasi sekam padi	22
2. Sintesis silika sekam padi dengan metode <i>leaching</i>	23
3. Grafik TGA sampel SP 0 dan 80	25
4. Grafik DTA sampel SP 0 dan 80	26
5. Grafik XRD sampel SP tanpa perlakuan	28
6. Grafik XRD sampel SP 600 °C	28
7. Grafik XRD sampel SP 700 °C	30
8. Grafik XRD sampel SP 800 °C	30
9. Grafik XRD sampel SP 900 °C	31
10. Grafik XRD sampel SP 1000 °C	31
11. Spektrum FTIR sampel suhu ruang 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C.....	34
12. Struktur mikro silika sekam padi pada morfologi sampel suhu ruang (a) SPSR dengan pembesaran 5000x dan morfologi sampel suhu (b) SP1000°C dengan pembesaran 5000x.	34

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel	
1. Komposisi kimia dari hasil analisis XRF	32

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Sekam padi adalah bentuk limbah dari industri penggilingan padi dan diproduksi dalam jumlah banyak di dalam dan di seluruh negeri. India menghasilkan 12 juta ton sekam padi setiap tahun. Di seluruh dunia sekam padi tahunan diperkirakan berjumlah 80 juta ton. Sekam padi dianggap sebagai bentuk limbah dari proses penggilingan padi dan sering dibiarkan dan tidak digunakan sampai membusuk di lapangan atau sering dibakar (Heta *et al.*, 2015).

Produksi padi di Provinsi Lampung menurut Badan Pusat Statistik pada tahun 2020 sebanyak 2,60 juta ton (BPS, 2020). 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). Sekam padi yang cukup banyak ini, umumnya hanya dijadikan limbah namun beberapa kandungannya yang dapat dimanfaatkan salah satunya adalah silika. Sekam padi mengandung silika paling banyak dibandingkan dengan produk samping padi lainnya. Sekam padi mengandung silika dalam kisaran 80-90 wt%. Silika dalam sekam padi ada dalam bentuk amorf terhidrasi seperti silika gel (Heta *et al.*, 2015).

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 sumberdaya alam sangat bermanfaat dibidang sains, biomedis dan material. Nanopartikel silika juga digunakan dalam berbagai bidang seperti keramik, adsorben, sebagai katalis (Hessien *et al.*, 2009), dan sebagai sumber untuk preparasi bahan lanjutan (Chandrasekhar *et al.*, 2003; Chandrasekhar *et al.*, 2005). Karena kelebihan yang aplikatif dan mudah didapatkan, beberapa upaya untuk menghasilkan silika dengan berbagai metode seperti metode leaching dengan asam sitrat.

Oleh karena itu silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Silika juga dapat dimanfaatkan untuk bahan katalis, campuran pada tinta, bahan pengeras beton, komponen deterjen dan sabun, serta sebagai unsur pengeras pada pembuatan batu bata. Silika mempunyai sifat higroskopis sehingga dapat digunakan sebagai bahan penyerap air.

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). Silika yang dihasilkan dari sekam padi memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan silika mineral, dimana silika sekam padi memiliki butiran halus yakni 20 μm , lebih reaktif, biaya yang relatif murah, dan ketersediaan bahan baku yang melimpah, serta dapat diperbaharui. Dengan kelebihan tersebut, menunjukkan bahwa silika sekam padi

berpotensi cukup besar sebagai sumber silika yang merupakan bahan material yang memiliki aplikasi yang cukup luas penggunaannya (Sun and Gong, 2001).

Silika dari sekam padi dapat diperoleh dengan berbagai cara. Secara sederhana, proses isolasi silika dapat dilakukan dengan cara pembakaran langsung. 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 inorganik seperti senyawa-senyawa mineral yang mengandung kalium (K) dan sodium (Na) yang dapat menurunkan titik leleh silika sehingga dapat mempercepat perubahan fasa amorf menjadi kristalin (Umeda, 2008). Senyawa-senyawa pengotor inorganik ini dapat dihilangkan dari sekam padi melalui proses *leaching* menggunakan larutan asam untuk mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi sebelum proses pengabuan. Parapeneliti pendahulu melakukan proses perlakuan awal sekam padi menggunakan HCl (Sapei, 2012), H₂SO₄ dan asam sitrat (Umeda, 2008), asam asetat (Rafiee, 2012), HNO₃ dan asam oksalat (Chandrase-khar, 2005), sebelum melakukan proses thermal.

Berdasarkan uraian diatas maka mendorong penulis untuk melakukan penelitian mengenai pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik silika sekam padi menggunakan metode asam sitrat *leaching* yang mana diharapkan dengan metode *leaching* diperoleh silika dengan kemurnian yang cukup tinggi dan zat pengotor yang lebih sedikit. Metode *leaching* yang dipilih yaitu menggunakan asam sitrat dengan konsentrasi 10% atau 50,25 g (Suci, 2020) pada suhu pengadukan 80°C selama 2 jam (Desma, 2020). Selanjutnya kalsinasi dari bahan silika sekam padi

pada suhu 600°C, 700°C, 800°C, 900°C dan 1000°C. Karakterisasi material menggunakan beberapa yaitu *Differential Thermal Analysis–Thermogravimetric Analysis* (DTA-TGA) untuk mengetahui sifat termal, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsional, dan *Scanning Electron Microscopy* dan *Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui mikrostruktur.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah yaitu bagaimana komposisi kimia, struktur, gugus fungsi, sifat termal dan bentuk morfologi yang terbentuk pada silika sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan variasi suhu kalsinasi?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan Penelitian yaitu mengetahui komposisi kimia, struktur, gugus fungsi, sifat termal dan bentuk morfologi yang terbentuk pada silika sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan variasi suhu kalsinasi.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah silika yang dihasilkan adalah silika berbasis sekam padi yang dilakukan menggunakan metode *leaching*. Bahan yang digunakan yaitu sekam padi sebagai sumber silika. Variasi suhu kalsinasi yang

digunakan adalah 600°C, 700°C, 800°C, 900°C dan 1000°C. Karakterisasi yang dilakukan menggunakan DTA, XRD, XRF, FTIR, dan SEM.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah dapat mengetahui struktur kristal, komposisi unsur, gugus fungsi, sifat termal dan mikrostruktur yang terdapat pada silika sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan suhu kalsinasi. Sekam padi menjadi bahan acuan penelitian selanjutnya yang ingin meneliti tentang silika. Metode *leaching* menjadi alternatif dalam pembuatan silika sekam padi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Sekam Padi

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 dari pada batubara karena efisiensinya sama dengan batubara (Yadav dan Singh, 2011).

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. Penelitian menunjukkan bahwa sekam padi dapat digunakan sebagai bahan bakar Ugheoke *et al.*, (2006). Sekam padi biasanya banyak berakhir dengan dibakar diruang 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).

2.2. Silika

Sekam padi merupakan bahan baku terbesar penghasil silika Kalapathy *et al.*, (2002). Abu sekam padi adalah salah satu bahan baku yang mengandung banyak silika yaitu 90-98 % Bakar *et al.*, (2010); Real *et al.*, (1996). Silika dalam bentuk amorf didapatkan saat sekam padi dibakar pada suhu yang stabil di bawah 700°C Real *et al.*, (1996). Kereaktifan silika dipengaruhi oleh suhu pengabuan dimana kereaktifan optimum diperoleh saat sekam padi di bakar pada suhu 550-700 °C Kalapathy *et al.*, (2002). Perubahan bentuk silika amorf ke bentuk silika kristal terjadi jika abu dibakar pada suhu di atas 850 °C Real *et al.*, (1996).

Silika kristal digunakan pada keramik Prasad *et al.*, (2001) dan industri semen Saha *et al.*, (2001). Sedangkan silika amorf digunakan dalam pembuatan bata tahan api Prasad *et al.*, (2001); Isaia *et al.*, (2003), proses pemurnian air Saha *et al.*, (2001); Foletto *et al.*, (2009), proses vulkanisasi Siriwandena *et al.*, (2001). Selain didukung dengan jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah, yakni dengan ekstraksi alkali Kalapathy *et al.*, (2002). Untuk menghasilkan silika amorf dengan kemurnian tinggi, sebelum diberikan perlakuan panas terlebih dahulu dilakukan *leaching* sekam padi dengan asam dan alkali, seperti HCl, HNO₃, H₂SO₄, H₃PO₄, CHCOOH, NaOH, KOH, Ca(OH)₂, dan KMnO Patel *et al.*, (1987); Javed *et al.*, (2010); Harsono, (2002). Dengan

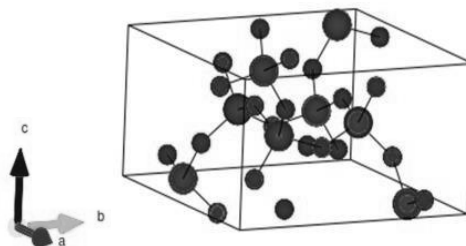
prosedur ini, maka dapat diperoleh padatan silika dengan kemurnian sekitar 93 % Harsono., (2002). Tabel 2.1 Menunjukkan karakteristik silika yang lebih rinci.

2.3. Struktur Kristal dan *Amorf*

2.3.1. 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).

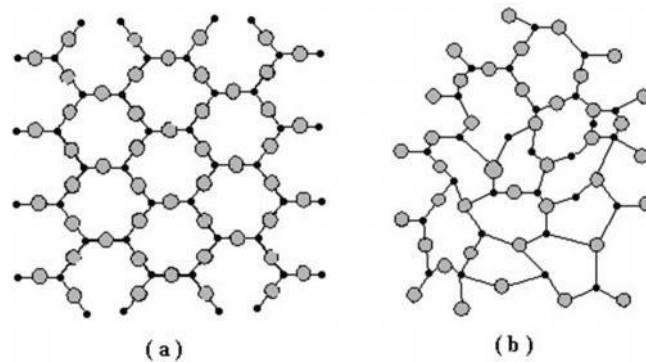
Gambar 2.1 Menunjukkan struktur kristal silika dengan ikatan atom-atom Si (Silikon) berwarna merah dan O (Oksigen) berwarna biru. Struktur kristal SiO_2 yang memiliki sistem kristal *tetragonal* dengan tipe pola I, memiliki nama *space grup* I-4, bernomor *space group* 88, volume sel satuan $= 357,388795 \text{ \AA}^3$, 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).

2.3.2. *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).

2.4. Karakterisasi

2.4.1. *X-Ray Fluorescence*

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

terpenting tadi. Proses eksitasi ini akan disertai dengan pemancaran cahaya dengan energi yang lebih kecil dari pada energi yang menyebabkan tereksitasinya elektron. Energi yang dipancarkan ini dinamakan radiasi fluoresensi. Radiasi fluoresensi ini memiliki energi yang khas tergantung dari elektron yang tereksitasi pada atom penyusun sebuah material. Karakteristik dari radiasi fluoresensi 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.

2.4.2. Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis

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 (ΔT) 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).

Untuk memperoleh data, sampel (berdiameter 2 mm, kapasitas massa 0,1-10mg) dimasukkan sebuah termokopel sangat tipis, begitujuga 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 dari pada suhu sampel maka diperoleh T negatif atau terjadi perubahan endotermik dan sebaliknya jika suhu bahan acuan lebih rendah dari pada 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 (*baseline*) Robert., (1994).

2.4.3. X-Ray Diffraction

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik nondestruktif yang kuat untuk mengkarakterisasi bahan-bahan kristalin. Ini memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal yang disukai (tekstur), dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran butir rata-rata, kristalinitas, ketegangan, dan cacat kristal. Puncak difraksi sinar-X dihasilkan oleh interferensi konstruktif dari sinar monokromatik sinarX yang tersebar pada sudut tertentu dari setiap rangkaian bidang kisi dalam sampel. Intensitas puncak ditentukan oleh distribusi atom dalam kisi Bunaciu *et al.*, (2015).

Tahapan kerja *X-ray Diffraction* (XRD) terdiri dari empat tahap, yaitu produksi, difraksi, deteksi dan interpretasi.

1. Produksi: pada tahap ini elektron yang dihasilkan ketika *filamen* (katoda) dipanaskan akan dipercepat akibat perbedaan tegangan antara *filamen* (katoda) dan loga mtarget (anoda) sehingga terjadi tumbukan dengan logam target. Tumbukan ini akan menghasilkan radiasi sinar-X yang akan keluar dari tabung sinar-X dan berinteraksi dengan struktur kristal material yang di uji Tamer, (2013).
2. Difraksi: ketika suatu berkas sinar-X diarahkan pada material yang diuji yang berupa fase padat, maka akan timbul pola-pola difraksi yang menyerupai pola gelap dan terang.
3. Deteksi: interferensi konstruktif radiasi sinar-X hasil difraksi selanjutnya akan dideteksi oleh detektor.

4. Interpretasi: interferensi konstruktif yang telah dideteksi diperkuat gelombangnya agar terbaca secara spektroskopi sebagai puncak-puncak grafik yang ditampilkan pada layar komputer Rahman dan Toifur., (2016)

2.4.4. *Fourier Transform Infra-Red*

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. Berkastersebut 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).

2.4.5. Scanning Electron Microscopy

Komponen dasar peralatan SEM terdiri dari empat sistem utama, yaitu sistem penembak elektron yang menghasilkan elektron dengan jumlah tertentu, sistem lensa yang berupa elektromagnetik yang memfokuskan berkas elektron pada permukaan sampel, sistem pelarikan yang membentuk bayangan dengan prinsip pelarikan (*scanning*), dan sistem deteksi yang memanfaatkan elektron sekunder dan elektron terhambur balik. Hasil interaksi berkas elektron dengan permukaan sampel, dapat berupa *Secobdary electrons* (SE), *Backwards scatter electrons* (BSE), electron, auger, sinar-X dan elektron transmisi. Pada SEM hanya memanfaatkan SE dan BSE untuk memperoleh informasi struktur mikro, sedangkan sinar-X digunakan untuk menganalisa komposisi kimia pada permukaan sampel Johan., (2009).

Komponen utama alat SEM yaitu:

1. Tiga pasang lensa-lensa elektromagnetik yang berfungsi memfokuskan berkas elektron menjadi sebuah titik kecil, lalu oleh dua pasang *scancoil* discanakan dengan frekuensi variabel pada permukaan sampel. Semakin kecil berkas difokuskan semakin besar resolusi lateral yang dicapai.
2. Sumber elektron, biasanya berupa *filamen* dari bahan kawat tungsten atau berupa jarum dari paduan *Lantanum Hexaboride* LaB₆ atau *Cerium Hexaboride* CeB₆, yang dapat menyediakan berkas elektron yang teoretis memiliki energi tunggal (monokromatik).
3. *Imagingdetector*, yang berfungsi mengubah sinyal elektron menjadi gambar
Sujatno *et al.*, (2015).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2022 sampai April 2022 Laboratorium Fisika Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi DTA/TGA dilakukan di UPT Laboratorium dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung. Karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Universitas Negeri Padang. Karakterisasi FTIR dan XRD dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia. Karakterisasi SEM Laboratorium Layanan Pengujian Institut Biosains Universitas Brawijaya.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu *beaker glass* 1000 mL, *beaker gelas* 500 mL, spatula kaca, *aluminium foil*, *pestle*, *mortar*, oven, kompor listrik, termometer, saringan, bak kecil, baskom, cawan, *furnance*, botol sampel, timbangan digital dan alat-alat karakterisasi.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, asam sitrat ($C_6H_8O_7$), aquades.

3.3. Metode Penelitian

3.3.1 Preparasi Sekam Padi

Berikut ini adalah preparasi sekam padi:

- 1) Menyiapkan sekam padi
- 2) Mencuci sekam padi dengan air hingga bersih, bilas sebanyak 3 kali agar menghilangkan kotoran yang menempel pada sekam padi.
- 3) Merendam sekam padi selama 1 jam dengan air.
- 4) Merendam sekam padi dengan air mendidih selama 15 menit
- 5) Meniriskan sekam padi dan dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari hingga kering merata.
- 6) Mengeringkan sekam padi menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 2 jam.

3.3.2. Sintesis Silika Sekam Padi menggunakan Metode *Leaching* dengan Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$),

Langkah-langkah melakukan sintesis silika sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan suhu larutan 80 °C adalah sebagai berikut:

- 1) Menimbang asam sitrat sebanyak 50,25 g dan sekam padi sebanyak 30 g.
- 2) Melarutkan asam sitrat dengan menambahkan aquades sebanyak 500 mL dalam *beaker glass* 1000 mL.
- 3) Melarutkan larutan asam sitrat pada kompor listrik dan dipanaskan sampai suhu 80 °C.
- 4) Memasukkan sekam padi kedalam larutan asam sitrat dan diaduk perlahan pada suhu konstan selama 2 jam.
- 5) Diginkan sekam padi selama 15 menit.

- 6) Mencuci sekam padi sebanyak 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.
- 7) Menyaring sekam padi hasil cucian dengan menggunakan penyaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 3 jam.
- 8) Sekam padi kemudian dibakar dalam *furnance* pada suhu 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C selama 5 jam dengan laju pembakaran 5 °C/menit. Sekam padi dari hasil proses *leaching* ini di karakterisasi XRF, XRD, SEM, FTIR dan DTA.

3.4. Karakterisasi Sempel

Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan beberapa alat yaitu *X-Ray Diffractometer (XRD)*, *X-Ray fluorecence (XRF)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SAM)*, *Differential Thermal Analisis (DTA)*.

3.4.1. Karakterisasi *Differential Thermal Analisis (DTA)*

Karakterisasi TG/DTA bertujuan untuk mengetahui sifat termal serta stabilitas silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menyiapkan cawan platina kosong untuk digunakan sebagai sampel referensi dan memasukkan serbuk sampel silika sekam padi didalam cawan.
2. Meletakkan kedua cawan platina pada posisi vertikal di sample holder dengan memutar posisi *furnaice* 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 °C /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 $T_{pengukuran}$ tercapai maka *power furnace* dapat dimatikan yaitu pada posisi “Off” dan selanjutnya melakukan print hasil pengukuran.

3.4.2. Karakterisasi X-Ray Diffractometer (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui fasa struktur silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang dianalisis, kemudian merekatkannya pada kaca dan memasangkannya pada yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilitan perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian meletakannya pada *sampel stand* dibagian *gonimeter*.
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 diffraktometer dengan perintah “start” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancarkan dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tentu dicetak oleh mesin *printer*.

6. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan pelangkah (t).
7. Setelah data diperoleh analisis kualitatif dengan menggunakan *search matc analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standar (*Power Diffraction File Database*).

3.4.3. Karakterisasi X-Ray fluorescence (XRF)

Karakterisasi XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur dari silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Meletakkan sampel didalam *holder*. Memasukan bagian bawah *holder* yang tertutup seluruhnya oleh sampel karena akan ditembakkan oleh sinar-X.
2. Setelah sampel siap pada sampel *holder*, menutup *lid* dan kemudian menghidupkan XRF menggunakan tombol *on*.
3. Analisis akan berjalan dengan menggunakan tombol sinar-X yang akan mengenai sampel beberapa saat.
4. Sinar-X yang mengenai sampel akan meneruskan kedetektor dan melanjutkan analisis unsur-unsur yang terkandung didalam sampel.

3.4.4. Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menimbang sampel yang sudah dihaluskan dan sampel padat (bebas air).
2. Menghaluskan kristal KBr murni dalam *mortar* dan *pastle* kemudian mengayak KBr tersebut.
3. Mencampurkan KBr dan sampelkedalam *mortar* kemudian diaduk rata.

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

3.4.5. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

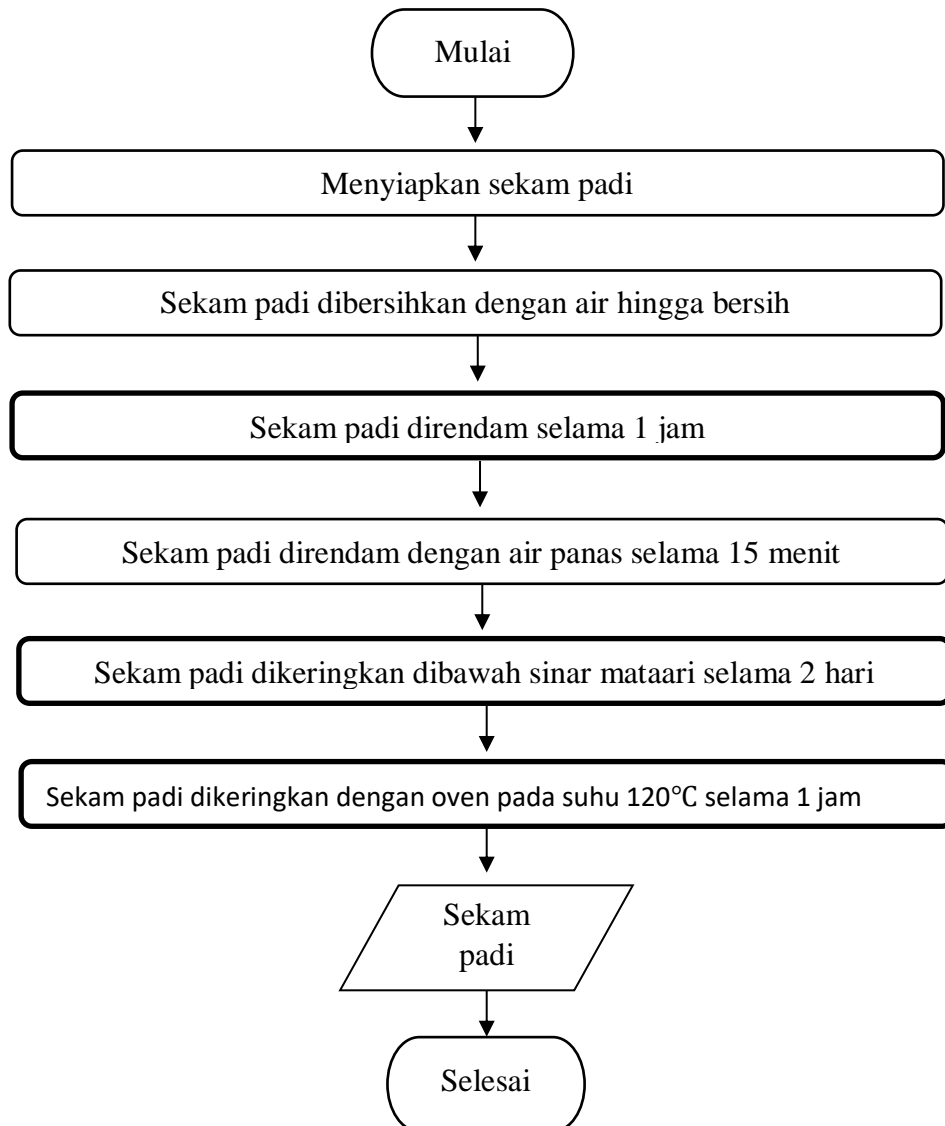
Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui mikrostruktur silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Memasukan sampel kedalam *vacum column*, untuk dianalisis dengan komposisi udara dipompa keluar agar menciptakan kondisi vakum. Kondisi dilakukan agar tidak ada molekul gas yang mengganggu jalannya elektro selama proses berlangsung.
2. Menentukan elektron agar melewati berbagai lensa yang ada menuju ke suatu titik disempel.
3. Sinar elektron terpantul ke detektor lalu ke *ampifier* untuk memperkuat sinyal sebelum kekomputer untuk menampilkan gambar yang diinginkan.

3.5. Diagram Alir

3.5.1. Preparasi Sekam Padi

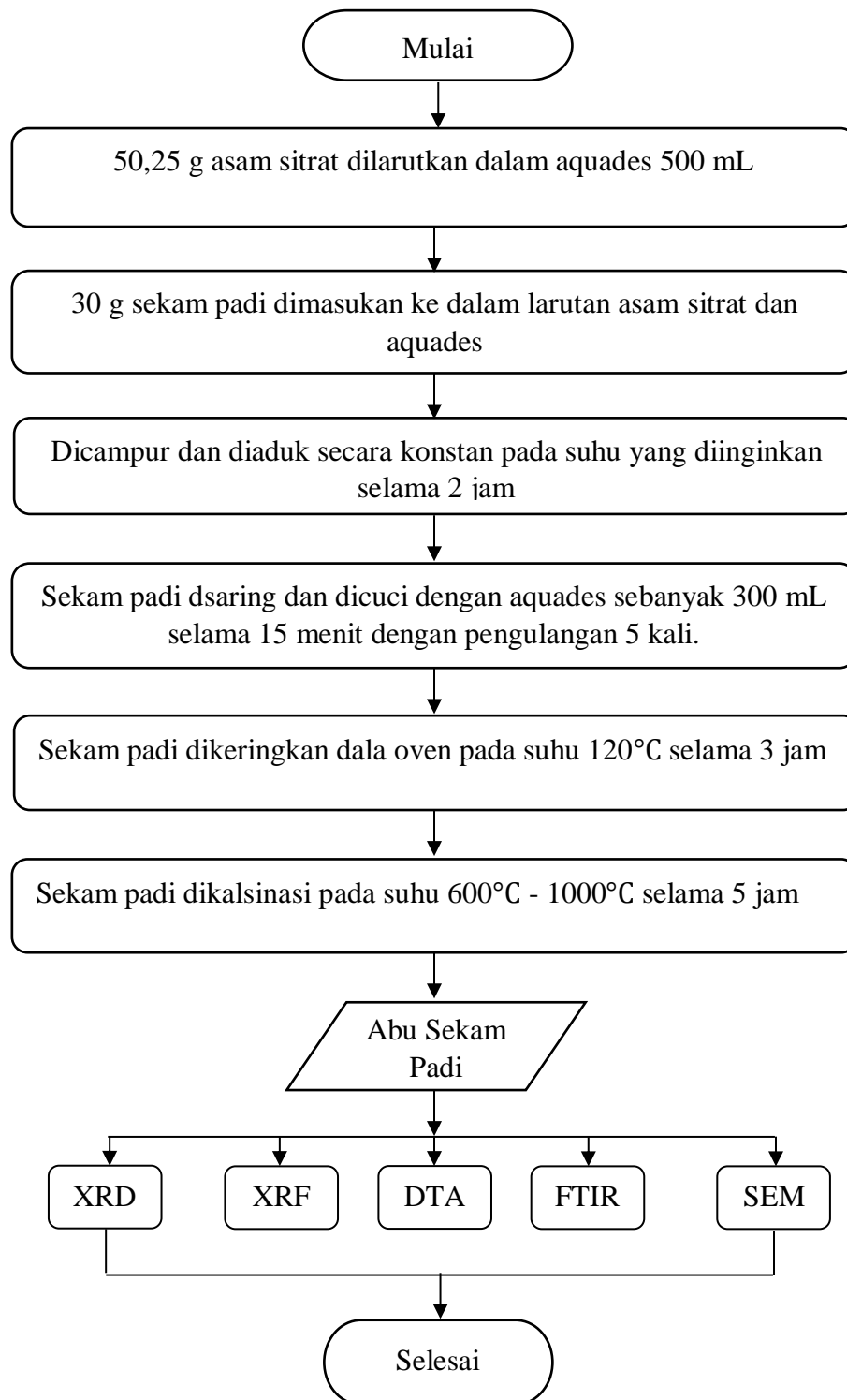
Diagram alir preparasi sekam padi ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir preparasi sekam padi.

3.5.2. Sintesis Silika Sekam Padi dengan Metode *Leaching*

Diagram alir proses sintesis silika dari sekam padi ditujukan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Sintesis silika sekam padi dengan metode *leaching*.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

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

1. Hasil analisis TGA SPSR dan SP80 adanya penurunan massa pada suhu 106 °C sebesar 7,68 %, dan 105 °C sebesar 8,34 %. Terjadi penyusutan massa pada Suhu 200-370 °C sebesar 41,49 % dan suhu 200-370 °C sebesar 45,14 %. Kembali terjadi susut massa sebesar suhu 370-600°C sebesar 50,18% dan suhu 370-600 °C sebesar 53,65 %. DTA SPSR dan SP80 yang memiliki puncak endotermik pada rentang 30-200 °C. pada titik suhu 50 °C. dan 48 °C dan juga adanya puncak eksotermik pada rentang suhu 300-600 °C. pada titik 391 °C. dan 408°C. kemudian pada titik 970 °C. dan 1000 °C..
2. Hasil analisis XRF menghasilkan silika tertinggi pada suhu 1000 °C. yaitu sekitaran 98,849 %.
3. Analisis XRD menunjukkan struktur *amorf* dari sampel suhu ruang sampai suhu 600 °C, 700 °C., 800 °C., 900 °C. dan 1000 °C. dengan puncak tertinggi pada $2\theta = 20,073^\circ$.
4. Hasil analisis FTIR silika sekam padi menunjukkan terbentuknya gugus fungsi Si-OH ,OH, Si-O-Si, dan O-Si-O.

5. Hasil analisis SEM SPSR menunjukkan struktur permukaan tampak tidak rata dan adanya gumpalan (*agglomerated*) pada sampel tanpa perlakuan, sedangkan pada SP1000 °C. struktur permukaan tampak sedikit rata dibandingkan SPSR karena semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin merata.

5.2. Saran

Penelitian selanjutnya disarankan agar setiap pencucian bahan dilakukan 5 kali karena pencucian yang tidak bersih akan mempengaruhi kemurnian sampel. Kalsinasi suhu untuk penelitian selanjutnya disarankan di atas suhu 1000 °C dan Pada penyimpanan sampel juga bisa mempengaruhi sampel setelah selesai penelitian agar bahan tidak terkontaminasi dengan udara dan pengotoran.

DAFTAR PUSTAKA

- Amutha, K., Ravibaskar, R., dan Sivakumar, G. 2010. Extraction, Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash. *International Journal of Nano technology and Applications*. Vol. 4, Hal. 61-66.
- Azmiyawati, C., Siti, S. N., dan Adi, D. 2019. Synthesis of Silica Gel from Glass Waster for Adsorption of Mg^{2+} , Cu^{2+} , and Ag^+ Metal Ions. *Joint Conference on Chemistry*. Vol. 509, Hal. 300-306.
- 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.
- Bakar, A. R., Rosyiah, Y., dan Seng, N. G. 2016. Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*. Vol. 19, Hal. 189-195.
- Barkakati, P., Bordoloi, D., dan Borthakur, P. C. 1994. Paddy Huskas Raw Material and Fuel for Making Portland Cement. *Cement and Concrete Research*. Vol. 24, Hal. 613-620.
- Bhatia, R. B. dan Brinker, C. J. 2000. Aqueous Sol-gel Process for Protein Encapsulation. *Chemical Materials*. Vol. 12, 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, Hal. 269-284.
- BPS. 2020. *Ringkasan Eksekutif Luas Panen dan Produksi Beras di Indonesia 2020*. Badan Pusat Statistik Lampung.
- Bunaciu, A. A., Udristioiu, E. G., dan Aboul-Enein, H. Y. 2015. Critical Reviews in Analytical Chemistry X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. Vol. 45, Hal. 289-299.

- 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, 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, Hal. 3159-3168.
- Conradt, R., Pimkhaokham, P., dan Leela-Adisorn, U. 1992. Nano structured Silica from Rice Husk. *Journal of Non-Crystalline Solids*. Vol. 145. Hal. 75-79.
- Daifullah, A. A. M., Girgis, B. S., dan Gad, H. M. H. 2003. Utilization of agro-residues (rice husk) in small waste water treatment plans. *Materials Letters*. Vol. 57, Hal. 1723-1731.
- 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, M., Sabura, B., Rani, J., dan Ammu, R. J. 2014. Rice Husk Silica-Efficient Bio Filler in High Density Polyethylene. *International Journal of Advanced Scientific and Technical Research*. Vol. 2, Hal. 561-569.
- Essien, E.R. Oluyemi, A. Olaniyi. Adams, L.A. Shaibu. 2012. Sol-Gel Derived Porous Silica: Economic Synthesis and Characterization. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 11, Hal. 976-981.
- Fatimah, S. 2018. *Identifikasi Kandungan Unsur Logam menggunakan XRF dan OES sebagai Penentu Tingkat Kekerasan Baja Paduan*. Skripsi. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- 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, Hal. 20-26.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan silika amorf dari limbah sekam padi. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 3, Hal. 98-103.
- 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, 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 Nano sphere from Semi-burned Rice Straw. *Materials Science and Engineering*. Vol. 162, Hal. 14-21.

- Heta, Gandhi, A.N. Tamaskar, Harshali Parab dan Sonam Purohit. Extraction of Silica from Rice Husk Ash. *Journal of Basic and Applied Engineering Research*. ISSN: 2350-0077; Vol. 2, No. 4.
- Hwang, C. L., dan Wu, D. S. 1989. Properties of Cement Paste Containing Rice Husk Ash. *American Concrete Institute*. Vol. 114. Hal. 733-763.
- Javed, S. H., Naved, S., Feroze, N., Zafar, M., dan Shafaq, M. 2010. Crystal and amorphous from KMnO₄ treated and untreated rice husk. *Journal of Quality and Technology Management*. Vol. 6, Hal. 81-90.
- Johan, A. 2009. Karakterisasi Sifat Fisik dan Mekanik Bahan Refraktorik -Al₂O₃ Pengaruh Penambahan TiO₂. *Jurnal Penelitian Sains*. Vol. 12, Hal. 1-8.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Schultz, J. 2002. An improved method for production of silica from rice husk ash. *Journal Bioresource Technology*. Vol. 85. Hal. 285-289.
- 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, Hal. 117-120.
- 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 Nano particles. *Journal of Engineering and Applied Sciences*. Vol. 11, 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.
- Mittal, D. 1997. Silica from Ash: A Valuable Product from Waste Material. *Resonance*. Vol. 2, 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.
- Prasad C.S., Maiti, K. N., dan Venugopal, R. 2001. Effect of rice husk ash in whiteware compositions. *Journal Ceramic International*. Vol. 27, Hal. 629-635.
- Patel, M., A. Kareradan P. Prasanna 1987. Effect of Thermal and Chemical Treatment on Carbon and Silica Contents in Rice Husk. *Journal of Material Science*. Vol. 22, Hal. 2457-2464.

- Rafiee. E., Shahebrahimi. S., Feyzi. M., dan Shaterzadeh. M., 2012. Optimization of Synthesis and Characterization of Nano silica Produced from Rice Husk (acommonwaste material). *International Nano Letters*. Vol. 2, Hal 29.
- Rahman, S., dan Toifur, M. 2016. Rancangan Eksperimen Analisis Struktur Mikro Sampel dengan Prinsip. *Jurnal Riset dan Kajian Pendidikan Fisika UAD*. Vol. 3, Hal. 5-9.
- Real, C., Alcala, M. D., dan Criado, J. M. 1996. Preparation of Silica from Rice Husks. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 79, Hal. 2012-2016.
- Saha, J. C., Dikshit, K., dan Bandyopadhyay, M. 2001. Comparative studies for selection of technologies for arsenic removal from drinking water. *Chemical Analysis Series*. Vol. 135, Hal. 445-463.
- Saudi, H. A., S. M. Salem., S. S. Mohammad., A. G. Mostafa., dan M. Y. Hassaan. 2015. Utilization of Pure Silica Extracted from Rice Husk and FTIR Structural Analysis of the Prepared Glasses. *American Journal of Physics and Application*. Vol. 3, Hal. 97-105.
- 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, Hal. 213-220.
- 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, Hal. 176-180.
- Sipahutar, D. 2010. *Teknologi Briket Sekam Padi*. Badan Pelayanan Perizinan Terpadu. Riau.
- Siriwardena S, H Ismail M. US Ishiaku. 2001. A comparison of white rice husk ash and silica as fillers in ethylene-propylene-diene terpolymer vulcanizates. *School of Industrial Technology*. Vol. 50, Hal. 707-713.
- Smallman, R. E. dan Bishop, R.J. 2000. *Metalurgi Fisika Modern dan Rekayasa Material*. 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.
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana., dan Dimiyati, A. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir*. Vol. 9, Hal. 44-50.
- Sun, L. dan Gong, K. 2001. Silicon-based materials from rice husks and their applications. *Journal of India Engineer*. Vol. 40, No. 25.

- Tamer, M. 2013. Quantitative Phase Analysis Based on Rietveld Structure Refinement for Carbonate Rocks. *Journal of Modern Physics*. Vol. 4, Hal. 1149-1157.
- Ummah, S., Prasetyo, A., dan Baroroh, H. 2010. Kajian Penambahan Abu Sekam Padi dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin. *Jurnal Alchemy*. Vol. 1, Hal. 53-103.
- Umeda, J., Kondoh, K., 2008. High-Purity Amorphous Silica Originated in Rice Husks via Carboxylic Acid Leaching Process. *Journal of Materials Science*. Vol. 22, Hal. 7084-7090.
- Umeda, J., dan Katsuyoshi, K. 2010. High-purification of Amorphous Silica Originated from Rice Husks by Combination of Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32, Hal. 539-544.
- 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.
- Van, K. L., dan Thu, T. L. Thi. 2016. Activated Carbon Prepared from Rice Husk: Nitric Acid Modification and BTX Adsorption. *Exir Materials Science*. Vol. 93, Hal. 39362-39366.
- Vieira, A. W., Murilo, D. M., Erlon, M., dan Elidion, A. 2017. Comparison of Methods for Determining the Water Absorption of Glazed Porcelain Stoneware Ceramic Tiles. *Materials Research*. Vol. 20, Hal. 643-647.
- Wang, Z. L., Gao, R. P., Gole, J. L., dan Stout, J. D. 2000. Silica Nano tubes and Nano fiber Arrays. *Journal Advanced Materials*. Vol. 12, Hal. 1938-1940.
- Wang, Z., Hua, Y., Liwei, W., dan Muyu, Z. 1997. Preparation of Ultrafine SiO₂ with High Surface Area by the Chemical Precipitation Method. *Material Science and Engineering*. Vol. 48, Hal. 211-214.
- 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, Hal. 2229-7111.
- Yusuf, M, Dede S., dan Eko P. H. 2014. Studi Karakterisasi Silika Gel Hasil Sintesis Dari Abu Ampas Tebu Dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida. *Jurnal Sains dan Teknologi*. Vol. 7, Hal. 79-89.

- Zaky, R. R., Hessien M. M., El-Midany A.A., Khedr M.H., Abdel-Aal E.A., dan El-Barawy K. A., 2007. Preparation of Silica Nanoparticles from Semi-Burned Rice Straw Ash. *Powder Technology*. Vol. 185, Hal. 31-35.
- Zarib, N. S. M., dan Shahrulazam, A. 2018. Effect of C₆H₈O₇ Concentration on Silica Extraction of Rice Husk, Rice Husk Ash and Mixture of Rice Husk With Rice Husk Ash Via Acid Leaching Process. *International Journal of Engineering and Technology*. Vol. 7, Hal. 190-195.
- 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. *Nano scale Research Letters*. Vol. 4, Hal. 1297-1302.
- Zhang, W. dan Zhao, M. 2010. Fluidisation Behavior of Silica Nanoparticles Under Horizontal Vibration. *Journal of Experimental Nanoscience*. Vol. 5, Hal. 69-82.