



**EKSTRAKSI SILIKA DAN PEMBENTUKAN KARBON AKTIF
DARI ARANG SEKAM PADI DENGAN
METODE HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh

Richard Erbachan

NIM 141810301003

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**EKSTRAKSI SILIKA DAN PEMBENTUKAN KARBON
AKTIF DARI ARANG SEKAM PADI DENGAN
METODE HIDROTERMAL**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah
satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

oleh

Richard Erbachan

NIM 141810301003

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Alm. Bapak M. Su'ali dan Ibu Anita Mariana. Terimakasih untuk semua pengorbanannya selama ini. Terimakasih untuk segala bentuk kasih sayang, doa, bimbingan, nasihat dan semangat tiada henti yang telah diberikan dengan tulus dan ikhlas;
2. Adikku Rina Regita Rahma dan semua keluarga besar yang selalu memberikan kasih sayang, semangat dan dukungannya;
3. Almamater TK Aisyiyah Bustanul Athfal, SDN 1 Randegan, SMPN 1 Tulangan, SMAN 1 Porong, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dengan penuh kesabaran;
4. Keluarga besar MAJESTY angkatan 2014 yang selama ini telah berjuang bersama dan telah memberikan kenangan yang tak terlupakan;
5. Saudara-saudari di UKMS TITIK yang telah menjadi keluarga kedua selama masa perkuliahan ini;
6. Sahabat-sahabatku yang selalu memberi dukungan dan teman-teman yang telah berbagi semangat serta kenangan yang istimewa;
7. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

MOTTO

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya”
(Q.s. Al-Baqarah: 286)*

“The future belongs to brave people”
(Ronald Reagan)**

^{*)} Departemen Agama Proyek Pengabdian Kitab Suci Al-Qur'an. 1975. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Jakarta: PT. Bumi Restu.

^{***)} Tandra, Heriyanto. 2015. *My Brave Action*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Richard Erbachan

NIM : 141810301003

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: “Ekstraksi Silika Dan Pembentukan Karbon Aktif Dari Arang Sekam Padi Dengan Metode Hidrotermal” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sebelumnya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 20 Januari 2019

Yang menyatakan,

Richard Erbachan
NIM 141810301003

SKRIPSI

**EKSTRAKSI SILIKA DAN PEMBENTUKAN KARBON
AKTIF DARI ARANG SEKAM PADI DENGAN
METODE HIDROTERMAL**

Oleh

Richard Erbachan
NIM 141810301003

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Tanti Haryati, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Ekstraksi Silika Dan Pembentukan Karbon Aktif Dari Arang Sekam Padi Dengan Metode Hidrotermal” karya Richard Erbachan telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : Senin, 20 Januari 2019

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Suardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197501291998021001

Anggota II,

Novita Andarini, S.Si., M.Si.,
NIP. 197211122000032001

Anggota I,

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP. 198010292005012002

Anggota III,

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.
NIP. 196810201998021002

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Ekstraksi Silika Dan Pembentukan Karbon Aktif Dari Arang Sekam Padi Dengan Metode Hidrotermal: Richard Erbachan, 141810301003; 2019: 59 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Produksi padi di Indonesia tahun 2015 menghasilkan gabah kering giling (GKG) sebanyak 75,39 juta ton. Proses penggilingan gabah menghasilkan 20% sekam padi. Sekam padi yang mengalami proses karbonisasi akan menghasilkan arang sekam. Kandungan silika dalam arang sekam padi sebesar 76,4 %. Karbon yang terkandung dalam arang sekam padi sebesar 16%. Arang sekam padi dapat dijadikan sebagai sumber silika dengan biaya relatif murah. Metode yang banyak digunakan dalam mendapatkan silika amorf adalah metode ekstraksi alkalis, namun metode ini memiliki kelemahan dalam memperoleh kemurnian silika. Metode ekstraksi silika yang diharapkan mampu mengatasi kelemahan tersebut adalah metode hidrotermal. Metode Hidrotermal mampu melarutkan pengotor yang terikat pada molekul silika sehingga kristal silika yang didapat lebih murni. Oleh karena itu, diperlukan metode ekstraksi silika dengan metode hidrotermal untuk memperoleh silika yang lebih murni

Penelitian dilaksanakan dalam dua metode dengan variasi perlakuan yang berbeda. Arang sekam padi yang terpreparasi diekstrak silikanya dan dibentuk sebagai karbon aktif menggunakan metode hidrotermal dengan variasi konsentrasi NaOH yaitu 2; 3; 3,5 M, variasi suhu dan waktu yaitu 180; 200; 220 °C serta 120; 160; 180 menit. Ekstraksi silika dan pembentukan karbon aktif dari arang sekam juga dilakukan dengan metode refluks menggunakan konsentrasi dan waktu optimal dalam metode hidrotermal pada suhu 90 °C. Silika yang dihasilkan dari proses ekstraksi di analisis kristanilitasnya dengan XRD dan morfologi partikel dengan SEM, sedangkan

karbon aktif yang terbentuk dilakukan uji adsorpsi terhadap larutan metilen biru.

Proses ekstraksi kedua metode tersebut menghasilkan silika dan residu berupa karbon yang teraktivasi. Konsentrasi NaOH yang semakin tinggi, silika dan daya adsorpsi karbon aktif yang dihasilkan semakin tinggi, karena kelarutan silika sangat besar dalam keadaan basa, sehingga silika terpisah dari arang sekam pada proses ekstraksi yang mengakibatkan ukuran pori dan luas permukaan karbon aktif menjadi besar dan memiliki kemampuan adsorpsi yang besar. Sama halnya dengan pengaruh suhu dan waktu, semakin tinggi suhu dan waktu, silika dan daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh semakin tinggi. Metode hidrotermal mampu mengekstrak silika lebih besar dari metode refluks. Karbon aktif dari metode hidrotermal memiliki daya adsorpsi yang lebih besar dari karbon aktif yang diperoleh pada metode refluks. Silika hasil dari metode hidrotermal dan refluks jika dilihat dari data XRD menghasilkan fasa yang sama, yaitu silika amorf yang ditunjukkan oleh sudut 2θ yang dihasilkan. Data SEM menghasilkan ukuran partikel silika hasil metode hidrotermal dan refluks berturut-turut sebesar 3,70 μm dan 9,91 μm .

Metode hidrotermal lebih efektif dalam pembentukan silika, karena metode hidrotermal dapat mengekstrak silika dengan massa yang lebih besar. Karbon aktif yang diperoleh dari metode hidrotermal memiliki daya adsorpsi terhadap metilen biru yang lebih besar dari karbon aktif yang diperoleh dari metode refluks. Silika yang dihasilkan dari metode hidrotermal dan refluks memiliki struktur amorf, tetapi metode hidrotermal memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibanding metode refluks. Silika dengan ukuran partikel yang semakin kecil memiliki kereaktifan yang semakin tinggi, sehingga metode hidrotermal mampu menghasilkan silika yang lebih berkualitas dibandingkan dengan refluks.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Ekstraksi Silika Dan Pembentukan Karbon Aktif Dari Arang Sekam Padi Dengan Metode Hidrotermal”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan moril maupun materil dari berbagai pihak, sehingga penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tanti Haryati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, serta doa dalam penyusunan skripsi ini;
4. Novita Andarini, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Tanti Haryati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
6. Teman-teman seperjuangan Vidya, Nanda, Evan, Ilham, Ummu, Wenny, Khusnul, dan teman-teman Majesty yang telah berjuang bersama;
7. Semua pihak yang selalu mendoakan dan tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga

skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan,
khususnya di bidang kimia.

Jember, Januari 2019

Penulis



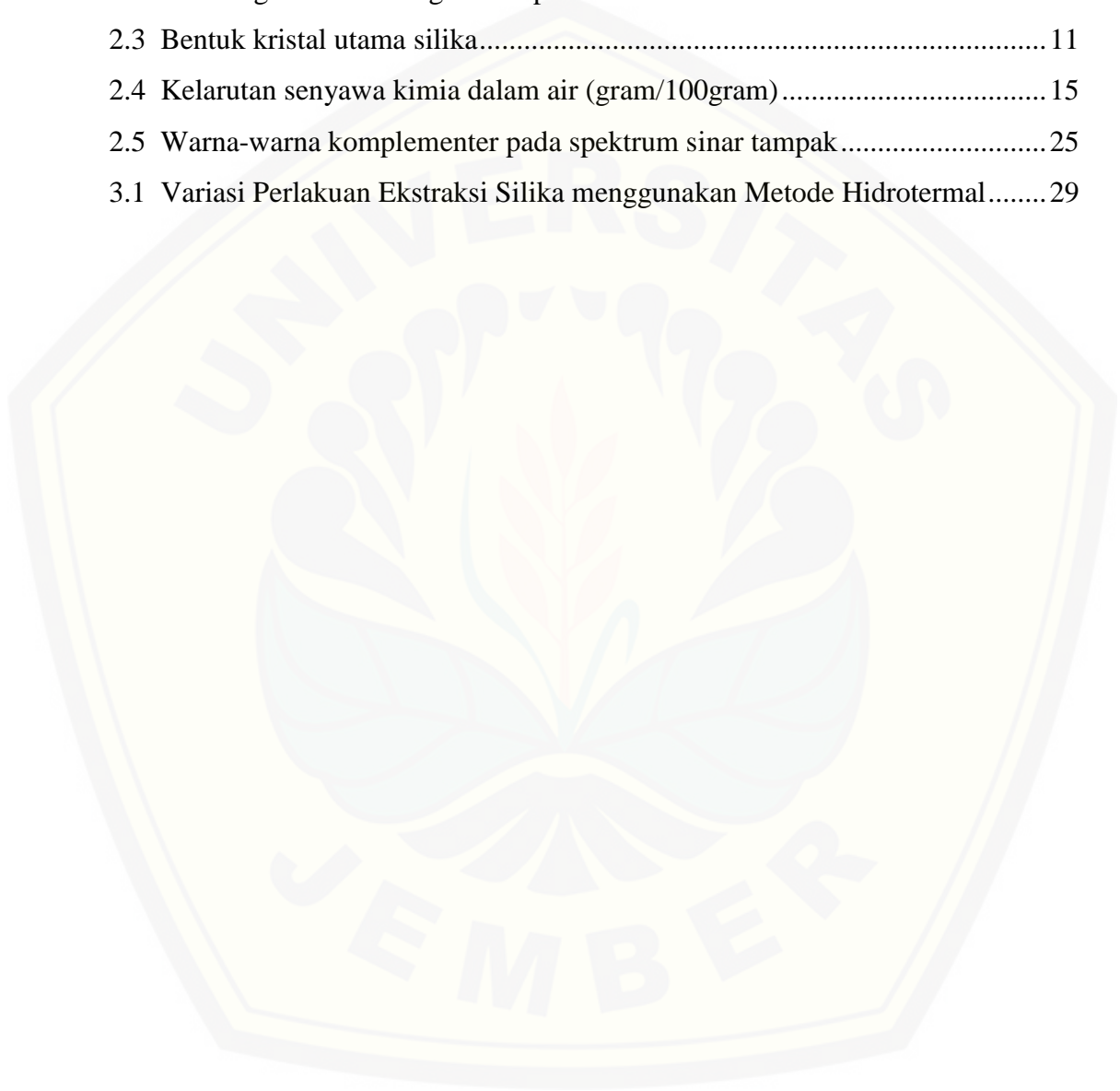
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Sekam Padi	6
2.1.1 Arang sekam padi.....	7
2.2 Silika	8
2.2.1 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika.....	9
2.2.2 Bentuk Kristal Silika	10
2.3 Teknik Pemisahan Silika	12
2.3.1 Metode Ekstraksi.....	12
2.3.2 Ekstraksi Silika.....	13
2.3.3 Metode Hidrotermal	13
2.4 Karbon Aktif	17
2.5 Adsorpsi Karbon Aktif	18
2.6 Uji Karakterisasi	20
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	20
2.6.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	21
2.6.3 Spektrofotometri UV-Vis.....	23
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat.....	26
3.2.2 Bahan.....	26
3.3 Diagram Alir Penelitian	27
3.4 Prosedur Penelitian	28

3.4.1 Preparasi Sampel	28
3.4.2 Penentuan Kadar Silika pada Arang sekam Padi	28
3.4.3 Ekstraksi Silika dan Pembentukan Karbon Aktif menggunakan Metode Hidrotermal	29
3.4.4 Ekstraksi Silika dan Pembentukan Karbon Aktif menggunakan Metode Refluks	30
3.4.5 Uji Adsorpsi Metilen Biru pada Karbon Aktif.....	31
3.4.6 Karakterisasi Silika	32
3.4.7 Pembuatan Larutan.....	33
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1 Pengaruh Konsentrasi NaOH, Suhu, dan Waktu terhadap Efektivitas Ekstraksi Silika Menggunakan Metode Hidrotermal	35
4.2 Pengaruh Konsentrasi NaOH, Suhu dan Waktu dalam Proses Pembentukan Karbon Aktif menggunakan Metode Hidrotermal terhadap Daya Adsorpsi Karbon Aktif	43
4.3 Efektivitas Ekstraksi menggunakan Metode Hidrotermal dengan Metode Refluks	45
4.4 Daya Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Pembentukan Karbon Aktif Menggunakan Metode Hidrotermal dengan Metode Refluks	46
4.5 Karakteristik Struktur dan Morfologi Silika hasil ekstraksi Metode Hidrotermal dengan Metode Refluks	46
4.5.1 Karakteristik Struktur Silika	46
4.5.2 Karakteristik Morfologi Silika	48
BAB 5. PENUTUP	50
5.1 Kesimpulan	50
5.2 Saran	50
DAFTAR PUSTAKA	51
LAMPIRAN.....	59

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi kimia sekam padi.....	6
2.2 Kandungan kimia arang sekam padi	8
2.3 Bentuk kristal utama silika.....	11
2.4 Kelarutan senyawa kimia dalam air (gram/100gram).....	15
2.5 Warna-warna komplementer pada spektrum sinar tampak.....	25
3.1 Variasi Perlakuan Ekstraksi Silika menggunakan Metode Hidrotermal.....	29



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur SiO ₂	8
2.2 Ilustrasi susunan atom	11
2.3 <i>Autoclave</i> dengan penutup <i>flat plate</i>	14
2.4 Kelarutan silika dalam tiga fasa dibawah tekanan <i>autogenous</i>	15
2.5 Transformasi bentuk silika sebagai fungsi waktu	16
2.6 Kelarutan silika dalam berbagai pelarut.....	16
2.7 Morfologi silika.....	23
3.1 Diagram alir penelitian	27
4.1 Perubahan warna sekam padi pada berbagai perlakuan	35
4.2 Proses Pembentukan Silika.....	36
4.3 Hasil Proses Ekstraksi.....	37
4.4 Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Efektifitas Ekstraksi Silika.....	38
4.5 Pengaruh Suhu terhadap Efektifitas Ekstraksi Silika	39
4.6 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Efektifitas Ekstraksi Silika.....	40
4.7 Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Daya Adsorpsi Karbon Aktif.....	41
4.8 Pengaruh Suhu terhadap Daya Adsorpsi Karbon Aktif.....	42
4.9 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Daya Adsorpsi Karbon Aktif.....	43
4.10 Pengaruh Metode Refluks dan Metode Hidrotermal terhadap Efektifitas Ekstraksi Silika dalam Arang Sekam Padi.....	44
4.11 Pengaruh Metode Refluks dan Metode Hidrotermal terhadap Daya Adsorpsi Karbon aktif pada Arang Sekam Padi	45
4.12 Difaktogram sinar-X.....	47
4.13 Morfologi Partikel Silika	48

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan	60
3.2 Penentuan Kadar Silika pada Arang Sekam Padi	62
4.1 Data Rendemen Silika Hasil Hidrotermal dan Refluks	63
4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Metilen Biru	65
4.2.1 Scanning Panjang Gelombang	65
4.2.2 Kurva Standar Metilen Biru	66
4.3 Data Daya Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Hidrotermal dan Refluks	67
4.4 Hasil Analisis XRD Silika hasil Hidrotermal dan Refluks	70
4.4.1. Silika Refluks	70
4.4.2. Silika Hidrotermal	70
4.5 Hasil Analisis SEM Silika Hasil Hidrotermal dan Refluks	71
4.5.1 Ukuran partikel silika hasil refluks	71
4.5.2 Ukuran partikel silika hasil hidrotermal	71

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia menempati peringkat ketiga sebagai penghasil padi terbesar di dunia. Produksi padi di Indonesia tahun 2015 menghasilkan gabah kering giling (GKG) sebanyak 75,39 juta ton (Badan Pusat Statistik, 2017). Proses penggilingan gabah menghasilkan 20% sekam padi (Ismunadji *et al*, 1988). Sekam padi merupakan produk samping industri penggilingan gabah yang pemanfaatannya masih terbatas. Sekam padi termasuk salah satu sumber penghasil silika yang diperoleh setelah proses pembakaran (Mittal, 1997). Komponen utama dari sekam padi meliputi 35% selulosa, 25% hemiselulosa, 20% lignin, *crude protein* 3 % dan 17% SiO₂ (Iyenagbe dan Othman, 2012).

Sekam padi yang mengalami proses karbonisasi akan menghasilkan arang sekam. Arang sekam terdiri dari bahan yang sangat ringan dengan struktur mikro berpori dan memiliki karakteristik yang kasar (Sembiring dan Sinaga, 2003). Struktur arang sekam berupa komposit karbon-silika karena banyaknya kandungan senyawa karbon dan silika dalam arang sekam. Kandungan silika dalam arang sekam padi sebesar 76,4 % dan sisanya senyawa anorganik lain (Eriko *et al*, 2017). Karbon yang terkandung dalam arang sekam padi sebesar 16% (Theeba *et al*, 2012). Kandungan silika pada arang sekam padi bersifat ringan dan memiliki permukaan eksternal yang luas, sehingga sangat bermanfaat sebagai adsorben, media filter, dan komponen katalisator (Agung *et al*, 2013). Hal ini menunjukkan bahwa arang sekam padi dapat dijadikan sebagai sumber silika dengan biaya relatif murah.

Silika terdapat dalam dua bentuk yaitu amorf dan kristalin. Silika amorf dapat diperoleh menggunakan metode ekstraksi silika dengan kondisi temperatur yang terkendali, sedangkan pembakaran yang tidak terkendali akan menghasilkan silika kristalin yang dapat mencemari lingkungan hidup (Umeda, 2008). Metode yang banyak digunakan dalam mendapatkan SiO₂ amorf adalah metode ekstraksi alkalis. Beberapa parameter yang dapat dikendalikan agar diperoleh silika amorf pada metode ini meliputi konsentrasi

pelarut, suhu ekstraksi dan waktu kontak (Real *et al*, 1996). Metode ini memiliki kelemahan, yaitu membutuhkan alat yang rumit, serta kemurnian silika amorf yang diperoleh cukup rendah apabila tidak diberi perlakuan tambahan seperti penambahan asam kuat.

Metode ekstraksi silika yang diharapkan mampu mengatasi kelemahan tersebut adalah metode hidrotermal. Alat yang digunakan pada metode ini cukup sederhana. Metode ini dapat meningkatkan luas permukaan senyawa dari hasil ekstraksi (Kim *et al*, 2007). Metode Hidrotermal mampu melarutkan pengotor yang terikat pada molekul SiO_2 sehingga kristal SiO_2 yang didapat lebih murni (Mochidzuki, 2001). Parameter seperti suhu dan waktu reaksi merupakan parameter yang memiliki peranan penting pada proses hidrotermal (Nejad dan Aboali, 2011).

Wibowo (2015) menunjukkan bahwa waktu dapat mempengaruhi ukuran kristal SiO_2 dimana perubahan waktu reaksi dari 2 jam menjadi 4 jam akan meningkatkan ukuran kristal. Huang *et al* (2016) menunjukkan suhu terbaik untuk melakukan sintesis SiO_2 amorf adalah 200°C . Karakas *et al* (2012) menjelaskan bahwa parameter suhu dan waktu reaksi yang digunakan dapat diatur untuk memelihara laju nukleasi yang tinggi dan untuk mengontrol pertumbuhan partikel. Konsentrasi basa sebagai pelarut dalam proses ekstraksi juga mempengaruhi pembentukan silika yang diperoleh. Konsentrasi NaOH yang digunakan dalam proses ekstraksi semakin meningkat, maka endapan silika yang diperoleh juga semakin banyak (Retnosari, 2013).

Komposisi arang sekam padi selain sebagai sumber silika, juga terdapat kandungan karbon. Kandungan karbon dalam arang sekam padi yang diaktivasi menjadi karbon aktif dapat digunakan sebagai adsorben. Industri gula menggunakan adsorben karbon aktif dalam pemurnian sirup. Sistem pemurnian air menggunakan karbon aktif untuk menghilangkan substansi yang menyebabkan bau tidak enak (Jankowska, 1991). Van and Thi (2014) melakukan aktivasi karbon dalam arang sekam padi dan menghasilkan daya

serap tertinggi menggunakan aktivator NaOH dengan perbandingan 1:3 (b/b) pada suhu 800°C.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini akan melakukan ekstraksi silika dan pembentukan karbon aktif dari arang sekam padi dengan metode hidrotermal dengan perlakuan variasi konsentrasi pelarut, suhu, dan waktu. Variasi konsentrasi pelarut NaOH dan suhu yang digunakan sebesar 2 M; 3 M; 3,5 M, dan 180°C, 200°C, 220°C, serta variasi waktu yang digunakan sebesar 120 menit, 160 menit, 180 menit. Ekstraksi silika dan pembentukan karbon aktif dari arang sekam padi juga dilakukan menggunakan metode refluks sebagai pembanding untuk mengetahui efektifitas ekstraksi silika dan daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh. Karakteristik struktur dan morfologi silika hasil ekstraksi kedua metode tersebut dianalisis menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi NaOH, suhu dan waktu terhadap efektifitas ekstraksi silika menggunakan metode hidrotermal?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi NaOH, suhu dan waktu dalam proses pembentukan karbon aktif menggunakan metode hidrotermal terhadap daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh?
3. Bagaimana perbandingan ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks terhadap efektifitas ekstraksi silika yang diperoleh?
4. Bagaimana perbandingan ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks terhadap daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh?
5. Bagaimana perbandingan karakteristik struktur dan morfologi silika hasil ekstraksi dari arang sekam padi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pengaruh konsentrasi NaOH, suhu dan waktu terhadap efektifitas ekstraksi silika menggunakan metode hidrotermal.
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi NaOH, suhu dan waktu dalam proses pembentukan karbon aktif menggunakan metode hidrotermal terhadap daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh.
3. Mempelajari perbandingan ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks terhadap efektifitas ekstraksi silika yang diperoleh.
4. Mempelajari perbandingan ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks terhadap daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh.
5. Mempelajari perbandingan karakteristik struktur dan morfologi silika hasil ekstraksi dari arang sekam padi menggunakan metode hidrotermal dengan metode refluks.

1.4 Batasan masalah

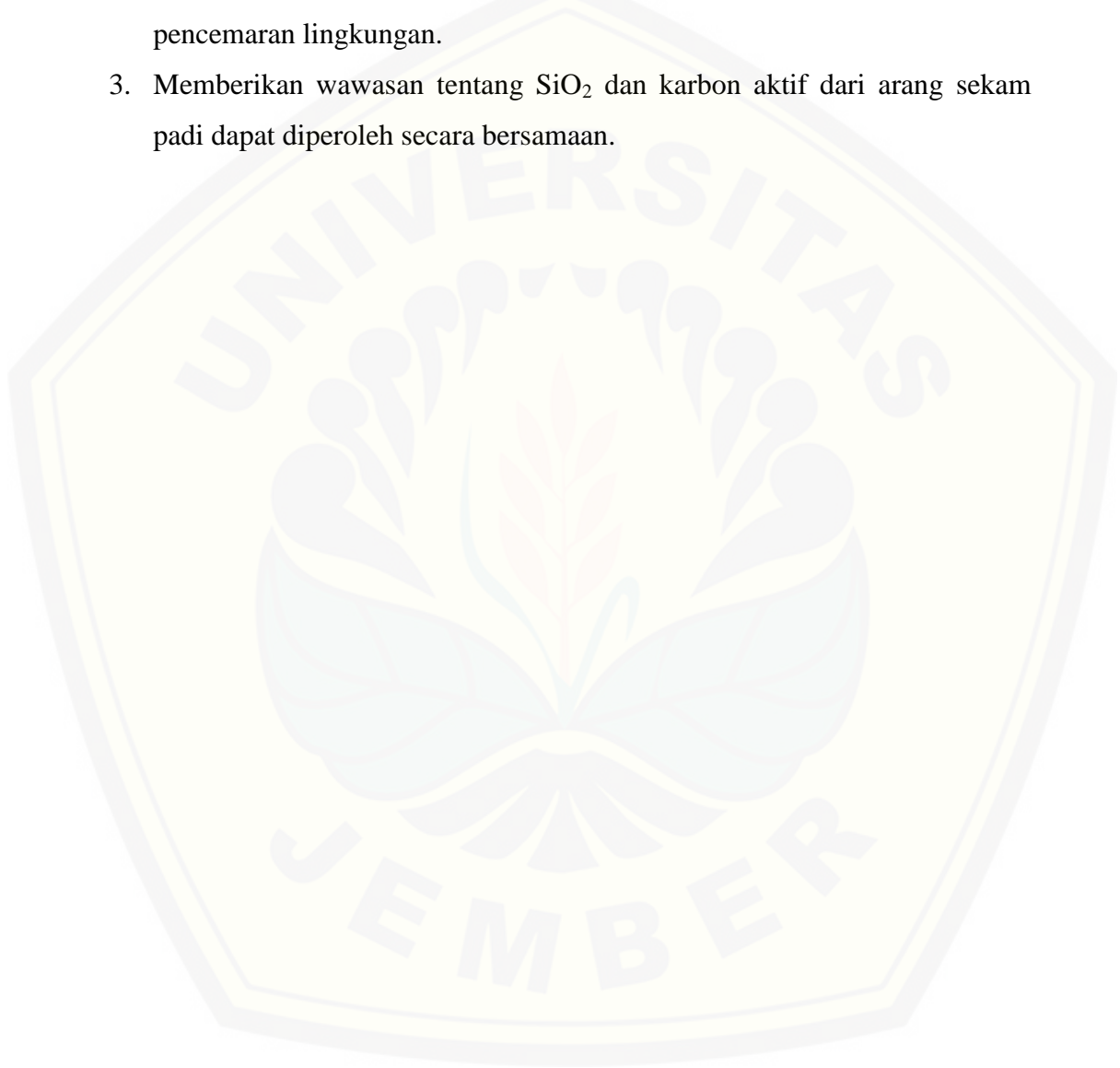
Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Sekam padi diperoleh dari Sempolan, kec. Silo, kab. Jember.
2. Pengarangan sekam padi menggunakan furnace dengan temperatur 400°C selama 120 menit.
3. Ukuran arang sekam padi yang digunakan 70-100 mesh.
4. Efektivitas ekstraksi silika diukur dari jumlah rendemen SiO₂ yang diperoleh.
5. Penentuan daya adsorpsi dilakukan dengan uji adsorpsi terhadap metilen biru 4 ppm.
6. Karakteristik struktur dan morfologi silika hasil ekstraksi dari arang sekam padi dianalisis dengan XRD dan SEM.

1.5 Manfaat penelitian

Adapun manfaat dalam penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi mengenai limbah sekam padi yang bermutu dan memiliki kualitas tinggi.
2. Memberikan wawasan tentang limbah sekam padi agar tidak menjadi pencemaran lingkungan.
3. Memberikan wawasan tentang SiO_2 dan karbon aktif dari arang sekam padi dapat diperoleh secara bersamaan.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Padi merupakan tanaman yang termasuk genus *Oryza*. Tanaman padi ini salah satu tanaman dengan budidaya terpenting dalam peradaban manusia. Produksi padi menempati urutan ketiga dalam produksi terbanyak didunia pada semua serelia setelah jagung dan gandum (Purnamaningsih, 2006). Tanaman padi memiliki morfologi antara lain : gabah, akar, daun, tajuk, batang, bunga dan malai. Gabah merupakan salah satu komponen penting pada padi yaitu untuk menghasilkan beras, selain itu gabah juga dapat menghasilkan sekam padi (Makarim dan Suhartatik, 2007).

Penggilingan padi selalu menghasilkan sekam padi yang cukup banyak, dari penggilingan padi akan menghasilkan sekitar 65% beras, 8% dedak, 2% bekatul, 20% sekam dan sisanya hilang (Ismunadji *et al*, 1988). Sekam padi merupakan kulit yang membungkus butiran beras, dimana kulit akan terpisah dan menjadi limbah. Kulit sekam ini dapat digunakan sebagai bahan bakar dalam proses produksi. Pada keadaan normal, sekam berperan penting melindungi biji beras dari kerusakan yang disebabkan oleh serangan jamur secara tidak langsung, melindungi biji dan juga menjadi penghalang terhadap penyusupan jamur. Selain itu sekam juga dapat mencegah reaksi ketengikan karena dapat melindungi lapisan tipis yang kaya minyak terhadap kerusakan mekanis selama pemanenan, penggilingan dan pengangkutan (Haryadi, 2006). Sekam padi tersusun atas senyawa anorganik dan organik. Komposisi sekam padi dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2.1 Komposisi kimia sekam padi

Komponen	% Berat
SiO ₂	17
Selulosa	35
Hemiselulosa	25
Lignin	20
Crude protein	3

(Sumber : Iyenagbe dan Othman, 2012)

Sekam padi biasanya hanya menjadi bahan buangan pada proses penggilingan padi. Di Indonesia pemanfaatan sekam padi sangat terbatas, hasil pembakaran sekam padi skalanya masih digunakan sebagai *litter* atau alas untuk kandang ayam dan bahan bakar untuk pembakaran tanah liat (edi Soenarjo *et al*, 1991). Sekam padi sebagai limbah pertama dari penggilingan padi memiliki potensi cukup besar dalam industri. Potensi sekam padi salah satunya yaitu sebagai sumber silika. Sekam padi yang melalui proses pembakaran akan menghasilkan silika sebagai komponen utamanya. Silika ini dapat digunakan sebagai bahan bangunan untuk campuran pada pembuatan semen Portland, bahan isolasi dan campuran pada industri bata merah (Ismunadji *et al*, 1988).

2.1.1 Arang sekam padi

Pemanfaatan sekam padi sebagai bahan bakar ternyata menimbulkan limbah baru, yaitu arang sekam padi. Arang adalah suatu bahan padat yang berpori dan merupakan hasil pembakaran dari bahan yang mengandung karbon melalui proses pirolisis. Sebagian dari pori-porinya masih tertutup hidrokarbon, tar dan senyawa organik lain (Djatkiko *et al*, 1985). Arang sekam memiliki karakteristik yang ringan, kasar sehingga sirkulasi udara tinggi, kemampuan menahan air yang tinggi dan berwarna hitam sehingga dapat mengabsorpsi sinar matahari dengan baik. Arang sekam memiliki pH yang cukup tinggi yaitu antara 8,5 – 9,0 (Sembiring dan Sinaga, 2003).

Arang sekam padi dibuat dengan cara menyangrai atau membakar sekam padi. Arang sekam padi dapat dimanfaatkan baik di dunia pertanian maupun untuk kebutuhan industri. Petani memanfaatkan arang sekam sebagai penggembur tanah. Keunggulan arang sekam adalah dapat memperbaiki sifat fisik dan kimia tanah, serta melindungi tanaman (Sembiring dan Sinaga, 2003). Arang sekam padi dapat diolah sebagai sumber alternatif SiO_2 (silika) dimana komposisi yang terdapat dalam arang sekam sebesar 76,4 % (Eriko *et al*, 2017).

Menurut Eriko *et al* (2017), kandungan kimia pada arang sekam padi ditunjukkan pada tabel 2.2.

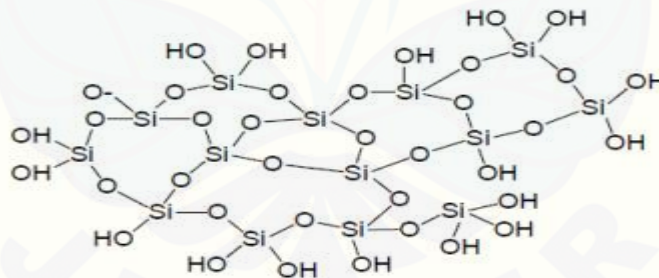
Tabel 2.2 Kandungan kimia arang sekam padi

Elemen	Kandungan (%)
SiO ₂	76,4
Al ₂ O ₃	0,21
Fe ₂ O ₃	0,66
CaO	0,39
Na ₂ O	0,06
K ₂ O	1,42
MgO	0,27
TiO ₂	0,01
P ₄ O ₁₀	0,76

(Sumber : Eriko *et al*, 2017)

2.2 Silika

Silikon dioksida (silika) merupakan salah satu senyawaan kimia yang sangat umum. Silika tersusun dari rantai satuan SiO₄ berbentuk tetrahedral yang memiliki rumus molekul SiO₂ (silikon dioksida) seperti pada gambar 2.1



Gambar 2.1 Struktur SiO₂ (Sumber: Oscik, 1982).

Silika dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO₂) (Della *et al*, 2002). Silika merupakan salah satu zat hara yang dibutuhkan oleh tanaman, terutama tanaman padi. Unsur Si (Silikon) dapat mendukung pertumbuhan padi yang sehat dan

menghindarkan tanaman dari serangan penyakit, radiasi matahari, serta keracunan unsur hara (Husnain, 2010).

Silika merupakan material yang tersedia di alam dan secara kuantitatif memiliki jumlah yang sangat melimpah. Silika terbentuk dari atom silikon dan oksigen, dimana silikon merupakan unsur kedua terbanyak dan oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi. Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon (Hara, 1986).

2.2.1 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika

a. Sifat Fisika

Nama IUPAC	: Silikon dioksida
Nama lain	: Kuarsa, Silika, Silikat oksida, Silikon (IV) oksida
Rumus molekul	: SiO ₂
Berat jenis	: 2,6 g cm ⁻³
Bentuk	: Padat
Titik lebur	: 1600 °C
Titik didih	: 2230 °C
Struktur kristal	: Kristobalit, tridmit, amorf

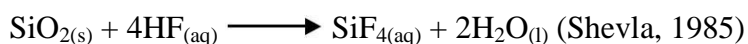
(Surdia, 2000).

b. Sifat Kimia

Adapun sifat kimia dari silika (SiO₂) yaitu:

a. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidroflluoro.



Dalam asam berlebih reaksinya adalah:



b. Reaksi basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali.



Berdasarkan reaksi diatas NaOH akan terurai menjadi ion-ionnya, ion OH⁻ akan menyerang atom Si yang kemudian mengalami reaksi dehidrogenasi membentuk SiO₃²⁻. SiO₃²⁻ akan diseimbangkan oleh 2 ion Na⁺ membentuk natrium silikat. Secara umum, silika dibuat dengan mereaksikan larutan natrium silikat dengan larutan asam. Hasil reaksi ini menghasilkan suatu dispersi pekat yang memisahkan partikel-partikel dari silika terhidrat. Silika terhidrat dikenal sebagai silika hidrosol. Silika hidrosol dikeringkan pada suhu 60 °C untuk membentuk silika gel (Ginanjar, 2014).

2.2.2 Bentuk Kristal Silika

Silika banyak terdapat pada tumbuhan sebagai diatom. Silika yang terakumulasi didalam makhluk hidup memiliki bentuk amorf, sedangkan silika yang tidak berasal dari makhluk hidup seperti batuan memiliki struktur kristalin. Silika pada umumnya dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu diatas 650°C maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *crystobalite* (Hara, 1986).

Berdasarkan jenisnya, silika memiliki struktur atau bentuk kristal kristalin dan amorf.

a. Silika Kristalin

Silika kristalin memiliki macam-macam bentuk bergantung dari orientasi dan posisi dari tetrahedron yang dibentuk meskipun memiliki struktur kimia yang sama (Jones, 2000). Terdapat tiga bentuk struktur utama silika kristalin yaitu *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* yang memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda. Struktur Kristal *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* memiliki nilai densitas masing-masing sebesar $2,65 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$,

$2,27 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, dan $2,23 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ (Smallman and Bishop, 1999). Bentuk kristal silika dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2.3. Bentuk kristal utama silika

Bentuk	Rentang Stabilitas ($^{\circ}\text{C}$)
Kristobalit	1470-1723
Tridmit	870-1470
Kuarsa	<870

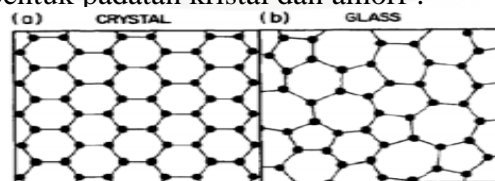
(Sumber: Smallman and Bishop, 1999).

b. Silka Amorf

Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan ini menyebabkan silika amorf memiliki struktur spherikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas $3 \text{ m}^2/\text{g}$. Silika amorf telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Silika amorf tidak menyebabkan silikosis tidak seperti silika kristalin (Kirk dan Othmer, 1984).

Silika amorf dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C . Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk dan Othmer, 1984).

Silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik (Kirk dan Othmer, 1984). Berikut ini adalah ilustrasi susunan atom silika dalam bentuk padatan kristal dan amorf :



Gambar 2.2 Ilustrasi susunan atom dalam (a) padatan kristalin, (b) padatan amorf

(Sumber : Kirk dan Othmer, 1984).

2.3 Teknik Pemisahan Silika

2.3.1 Metode Ekstraksi

Ekstraksi merupakan suatu proses pemisahan dari bahan padat maupun cair dengan bantuan pelarut. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak substansi yang diinginkan tanpa melarutkan material lainnya. Ekstraksi dari bahan padat dapat dilakukan jika bahan yang diinginkan dapat larut dalam solven pengestraksi. Ekstraksi berkelanjutan diperlukan apabila padatan hanya sedikit larut dalam pelarut (Harborne, 1987).

Ekstraksi dengan pelarut dapat dilakukan dengan cara dingin dan cara panas. Ekstraksi memiliki banyak metode yang dapat dilakukan yaitu dengan metode maserasi, sokletasi, refluks dan perkolasi dengan teknik ekstraksi padat-cair atau cair-cair. Ekstraksi padat-cair merupakan proses pemisahan zat terlarut dari suatu padatan atau campurannya dimana jenis pelarut yang digunakan adalah pelarut spesifik terhadap zat yang diinginkan. Sampel yang dicampurkan dengan pelarut kemudian dipisahkan berdasarkan padatan yang tidak larut (Muchsony, 1997).

Menurut Ghozali (1996) dalam mencapai kecepatan ekstraksi yang tinggi pada ekstraksi padat-cair, syarat berikut harus dipenuhi :

a. Ukuran Partikel

Semakin kecil ukuran bahan maka luas permukaan bahan akan meningkatkan laju ekstraksi.

b. Lama Ekstraksi

Semakin lama waktu ekstraksi maka jumlah bahan yang terekstrak akan semakin besar.

c. Suhu

Kelarutan zat terlarut (pada partikel yang di ekstrak) di dalam pelarut akan naik bersamaan dengan kenaikan temperatur untuk memberikan laju ekstraksi yang lebih tinggi. Semakin tinggi suhu ekstraksi maka semakin besar kelarutan ekstrak dalam pelarut.

d. Zat Pelarut

Larutan yang akan dipakai sebagai zat pelarut seharusnya merupakan larutan pilihan yang terbaik dan viskositasnya harus cukup rendah agar dapat bersirkulasi dengan mudah.

2.3.2 Ekstraksi Silika

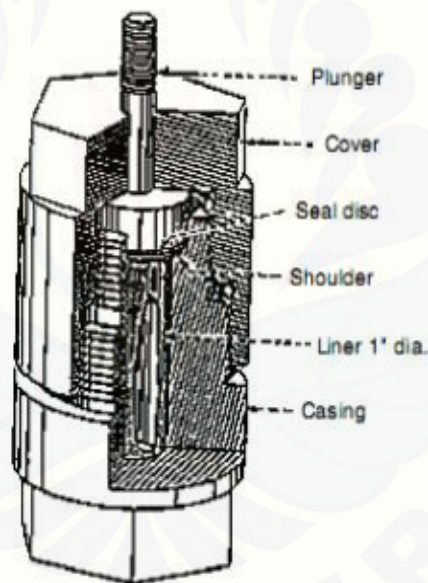
Silika dapat diekstrak dari bahan seperti limbah industri, dan paling banyak dari limbah pertanian seperti sekam padi. Menurut Sumardi (2012), kelarutan silika sangat rendah pada $\text{pH} < 10$ dan kelarutan silika akan meningkat pada $\text{pH} > 10$. Hal ini menunjukkan bahwa silika mempunyai kelarutan yang tinggi dalam kondisi basa, sehingga ekstraksi silika yang terkandung dalam bahan dapat menggunakan pelarut basa. Ekstraksi silika dari sekam padi telah dilakukan dan dikembangkan oleh Agung *et al* (2013) dimana dalam mengekstraksi silika dari sekam padi menggunakan larutan KOH dengan konsentrasi 10% selama 90 menit dan mendapatkan rendemen terbesar yaitu 50,97%.

Ekstraksi silika dalam sekam padi dapat dilakukan secara non thermal, yaitu dengan menggunakan oksidator kuat seperti hidrogen peroksida atau asam kuat seperti asam sulfat. Kecepatan reaksi hidrogen peroksida bergantung pada temperatur, konsentrasi dari hidrogen peroksida, dan juga keasaman (pH) (Kirk dan Othmer, 1984). Namun, metode non thermal kurang efisien dalam penggunaannya, karena proses penghilangan pengotor senyawa organik dan anorganik biasanya berlangsung relatif lama sehingga menjadi kurang ekonomis dibandingkan dengan metode secara thermal (Kirk dan Othmer, 1984).

2.3.3 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal adalah suatu proses yang menggunakan reaksi – reaksi fasa tunggal atau heterogen di dalam larutan air pada temperatur tinggi ($T > 25^\circ\text{C}$) dan tekanan >100 kPa untuk mengkristalisasi

material keramik langsung dari larutan. Metode hidrotermal dapat mengekstraksi sekam padi dengan tingkat kristalinitas yang tinggi, relatif stabil, homogen, serta rasio molar Ca/P mendekati nilai stoikiometri (Sadat dan Shojai *et al*, 2013). Metode hidrotermal dipilih karena relatif sederhana tanpa menggunakan peralatan yang rumit dan mahal, selain itu juga mempunyai beberapa keuntungan seperti pemanasan cepat, reaksi cepat, kemurnian tinggi dan efisiensi transformasi energi tinggi (Sadat dan Shojai *et al*, 2013). *Autoclave* hidrotermal terbuat dari baja yang dilapisi oleh perak atau platina yang berfungsi melindungi dari proses korosi akibat adanya cairan alkali. Berikut adalah rangkaian dari *autoclave* untuk penumbuhan kristal secara hidrotermal :



Gambar 2.3 *Autoclave* dengan penutup *flat plate* (Morey, G.W, 1953).

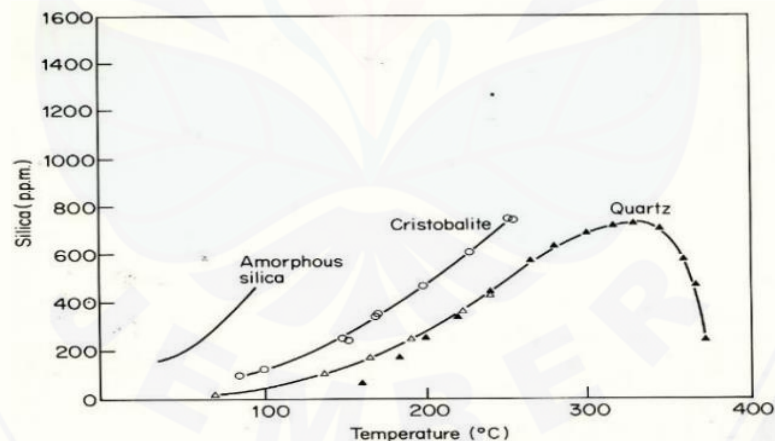
Air merupakan pelarut yang baik untuk senyawa ionik atau polar. Metode hidrotermal ini memanfaatkan reaksi heterogen dalam media air. Kelarutan berbagai zat dalam air pada rentang temperatur dan tekanan yang luas, dapat dilibatkan dalam proses hidrotermal. Berikut adalah data yang menunjukkan kelarutan senyawa kimia dalam air pada temperatur tinggi :

Tabel 2.4. Kelarutan senyawa kimia dalam air (gram/100gram)

Senyawa	Kelarutan (S)					
	100 °C	150 °C	200 °C	250 °C	300 °C	350 °C
ZnS	-	-	5×10^{-5}	-	1×10^{-4}	-
AgI	-	-	-	-	1.9×10^{-3}	5.4×10^{-3}
AgBr	3.7×10^{-4}	1.9×10^{-3}	6.0×10^{-3}	1.1×10^{-2}	1.5×10^{-2}	2.5×10^{-2}
SiO ₂ (kuarsa)	-	3.0×10^{-3}	2.4×10^{-2}	4.9×10^{-2}	6.8×10^{-2}	7.0×10^{-2}
AgCl	2.2×10^{-3}	6.4×10^{-3}	1.3×10^{-2}	2.5×10^{-2}	3.1×10^{-2}	5.0×10^{-2}
CaCO ₃	2.2×10^{-2}	9.2×10^{-3}	3.9×10^{-3}	1.5×10^{-3}	6.8×10^{-4}	-
CuI	-	-	12×10^{-2}	4.4×10^{-2}	9.3×10^{-2}	1.9×10^{-1}
SiO ₂ (amorf)	3.8×10^{-2}	6.2×10^{-2}	9.0×10^{-2}	1.26×10^{-1}	1.68×10^{-1}	2.3×10^{-1}
CuBr	-	-	2.2×10^{-1}	5.9×10^{-1}	1.18	1.8
CuCl	-	3.6×10^{-1}	9.5×10^{-1}	1.7	3.5	6.2

(Sumber: Barrer, 1982).

Kelarutan suatu senyawa akan semakin tinggi, seiring bertambahnya temperatur dalam proses hidrotermal. Kelarutan silika amorf, kristobalit dan kuarsa sepanjang garis fasa di bawah tekanan *autogenous* ditunjukkan pada gambar 2.4.

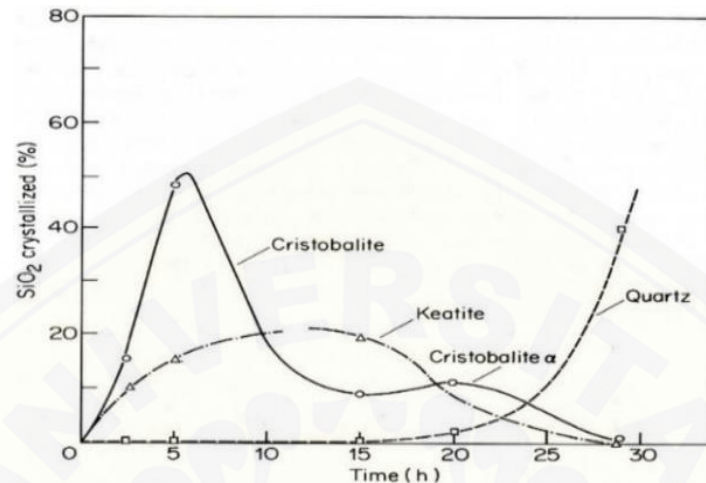


Gambar 2.4 Kelarutan silika dalam tiga fasa dibawah tekanan *autogenous*

(Sumber: Barrer, 1982).

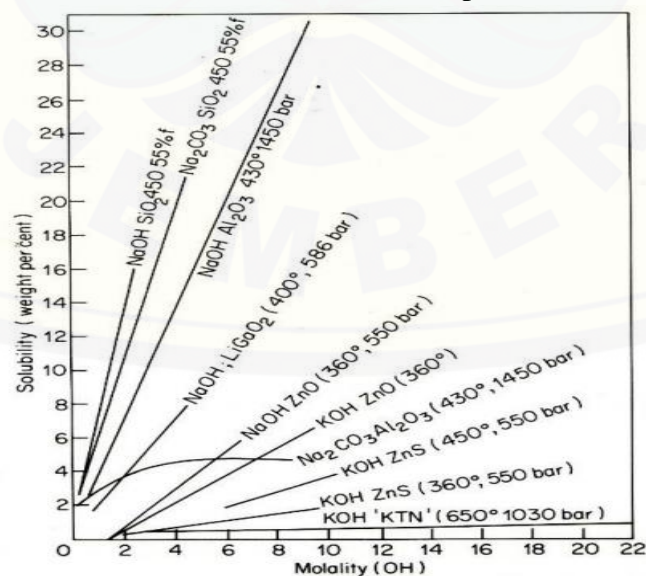
Gambar 2.4 menunjukkan grafik hubungan antara suhu dengan kelarutan silika dalam satuan konsentrasi. Kenaikan suhu pada tekanan tetap, tekanan *autogenous* akan menaikkan kelarutan. Bentuk kristal yang dihasilkan tidak hanya dipengaruhi oleh suhu yang ada di dalam *autoclave*, melainkan juga dipengaruhi oleh lama waktu ekstraksi. Pengaruh waktu

menunjukkan semakin lama waktu ekstraksi, silika yang didapat semakin mengeras membentuk kristalnya. Pengaruh waktu terhadap bentuk silika yang didapat, ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Transformasi bentuk silika sebagai fungsi waktu
(Sumber: Barrer, 1982).

Menurut Barrer (1982), fleksibilitas metode hidrotermal banyak ditujukan untuk kelompok silikat. Kelarutan silika dalam metode hidrotermal bernilai tinggi ketika pelarut yang digunakan pelarut alkali berair. Berikut adalah grafik yang menunjukkan pengaruh molalitas OH^- dalam senyawa hidroksida atau alkali berair dan karbonat terhadap kelarutan silika :



Gambar 2.6 Kelarutan silika dalam berbagai pelarut (Sumber: Barrer, 1982).

Metode hidrotermal dengan suhu rendah merupakan metode menggunakan sintesis nanopartikel dalam pelarut air *distilled* dan pemanasan pada suhu rendah. Metode ini sesuai untuk menghasilkan bentuk dan komposisi kristal yang diinginkan. Metode hidrotermal suhu rendah mempunyai beberapa kelebihan, yaitu :

- a. Temperatur relatif rendah untuk reaksi.
- b. Kemurnian tinggi.
- c. Distribusi ukuran partikel yang homogen.

(Alqab dan Sopyan, 2009).

Penggunaan hidrotermal suhu rendah pada ekstraksi sekam padi dapat mengatasi kekurangan dari metode lain seperti kontaminasi kimia (Alqab dan Sopyan, 2009).

2.4 Karbon Aktif

Limbah biomassa seperti sampah pertanian merupakan bahan mentah yang potensial dalam preparasi karbon pori. Salah satu limbah biomassa yang berpotensi sebagai bahan untuk karbon pori yaitu sekam padi (Wei *et al*, 2011). Karbon aktif merupakan golongan karbon amorph yang diproduksi dari bahan dasar dengan susunan senyawa mayoritas mengandung karbon (Mayer *et al*, 2005). Karbon aktif dapat dibuat dari berbagai macam perlakuan, salah satunya melalui proses pembakaran secara karbonisasi (aktivasi). Aktivasi merupakan bagian dalam proses pembuatan karbon aktif yang bertujuan untuk menambah volume pori dan memperbesar ukuran pori. Karbon aktif yang melalui proses aktivasi akan memiliki daya adsorpsi yang tinggi (Sembiring dan Sinaga, 2003). Karbon aktif dapat mengadsorpsi gas dan senyawa-senyawa kimia tertentu atau sifat adsorpsinya selektif, tergantung pada besar atau volume pori-pori dan luas permukaan (Hendra dan Darmawan, 2007).

Karbon aktif memiliki struktur pori internal yang menyebabkan karbon aktif dapat menyerap gas dan dapat mengurangi zat *liquida* (Sembiring dan Sinaga, 2003). Karbon aktif memiliki ukuran pori yang

berbeda untuk setiap jenisnya. Ukuran pori dari karbon aktif biasa dinyatakan dalam ukuran mesh. Luas permukaan dan ukuran pori sangat menentukan daya adsorpsi yang terjadi. Semakin besar luas permukaan karbon aktif, maka semakin besar daya adsorpsi terhadap molekul yang terjadi. Luas permukaan yang besar ini dikarenakan adanya struktur pori-pori yang menyebabkan karbon aktif memiliki kemampuan untuk menyerap. Ukuran pori-pori menentukan aktifitas daya adsorpsi yang terjadi. Proses adsorpsi tidak akan terjadi apabila ukuran pori dari karbon aktif lebih kecil dari ukuran molekul yang akan diadsorpsi. Daya serap arang aktif sangat besar yaitu sebesar 25-100% terhadap berat arang aktif (Sembiring dan Sinaga, 2003).

2.5 Adsorpsi Karbon Aktif

Karbon aktif merupakan salah satu adsorben yang sering digunakan pada proses adsorpsi. Adsorpsi merupakan peristiwa yang muncul ketika suatu substansi dalam fase gas atau cair terakumulasi pada permukaan material padatan (adsorben) membentuk lapisan molekular atau atom (adsorbat). Adsorpsi akan terjadi hingga tercapai kondisi setimbang. Pelekatan adsorbat pada adsorben terjadi akibat adanya tekanan mengikat adsorbat dari cairan/gas ke permukaan adsorben (Sihotang dan Dian, 2009).

Metode adsorpsi dengan menggunakan karbon aktif merupakan cara yang paling luas digunakan karena efektif dalam menyerap berbagai jenis pencemar, khususnya yang bersifat *non biodegradable* seperti zat warna (Pujiyanto, 2010). Keberadaan zat warna ini menjadi pencemar yang dapat mengganggu keseimbangan ekosistem. Sebagian zat warna juga bersifat toksik. Industri tekstil merupakan salah satu industri yang menggunakan zat warna dalam jumlah besar. Penggunaan jenis zat warna kationik pada industri tekstil banyak menggunakan metilen biru (Derakhsan *et al*, 2013). Metilen biru merupakan zat pewarna *thiazine* yang sering digunakan karena mudah diperoleh dan harganya ekonomis. Adsorpsi metilen biru telah banyak dilakukan untuk menentukan daya adsorpsi karbon aktif. Penetapan ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan arang aktif untuk menyerap larutan

berwarna dan menentukan luas permukaan pori karbon aktif. Afinitas adsorpsi metilen biru cukup tinggi. Metilen biru juga memiliki ukuran molekul yang cukup besar sehingga ketika permukaan adsorben dalam larutan biner mulai jenuh, adsorbat akan mengisi bagian aktif yang masih kosong (Ratu *et al*, 2014).

Banyak faktor yang mempengaruhi tingkat efisiensi adsorpsi. Sifat adsorpsi karbon aktif yang paling utama adalah daya serap. Faktor-faktor yang mempengaruhi daya serap adsorpsi, yaitu:

a. Sifat Adsorben

Adsorben yang memiliki luas permukaan yang besar akan meningkatkan proses penyerapan. Semakin banyak pembentukan luas permukaan internal yang berukuran mikro atau meso menyebabkan pori-pori karbon aktif semakin bertambah, akibatnya jumlah molekul adsorbat yang diserap oleh adsorben akan meningkat.

b. Ukuran Partikel

Karbon aktif yang telah dihaluskan akan dapat meningkatkan daya adsorpsi yang terjadi. Hal ini dikarenakan semakin kecil ukuran partikel akan menyebabkan semakin cepatnya proses adsorpsi.

c. Sifat Adsorbat

Ukuran molekul adsorbat yang dapat diadsorpsi adalah molekul-molekul yang diameternya lebih kecil dari adsorben. Ukuran molekul adsorbat merupakan salah satu hal yang mempengaruhi terjadinya proses adsorpsi.

d. Waktu Kontak

Waktu kontak akan dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Karbon aktif yang ditambahkan dalam suatu cairan, membutuhkan waktu untuk mencapai kesetimbangan. Waktu yang dibutuhkan berbanding terbalik dengan jumlah karbon aktif yang digunakan. Untuk larutan yang memiliki viskositas tinggi, dibutuhkan waktu kontak yang lebih lama.

(Treybal, 1981).

2.6 Uji Karakterisasi

Karakterisasi merupakan uji analisis yang dilakukan terhadap suatu bahan sampel baik dengan tujuan untuk mengetahui senyawa pembentuk bahan maupun untuk mengetahui sifat fisis bahan yang dihasilkan. Silika yang ada pada arang sekam padi pengamatan strukturnya dianalisis menggunakan metode (XRD) *X-Ray Diffraction* dan mikrostrukturnya dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Uji daya adsorpsi metilen biru pada karbon aktif dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2.6.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X (mempunyai $\lambda = 0,5-2,5 \text{ \AA}$ dan energi $\pm 107 \text{ eV}$), yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal (Tri Wahyuni, 2003). Penghambatan sinar-X oleh unit-unit padatan kristal, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Chang, 1998).

Prinsip kerja difraksi sinar X dihasilkan disuatu tabung sinar X dengan pemanasan kawat pijar atau filamen untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron yang berupa sinar X tersebut dipercepat terhadap suatu sampel dengan memberikan suatu voltase, dan menembak sampel dengan elektron. Elektron-elektron yang berupa sinar X akan melewati celah agar berkas sinar yang sampai ke sampel berbentuk paralel dan memiliki tingkat divergensi yang kecil, serta elektron-elektron tersebut dapat menyebar merata pada sampel. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam sampel, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut (Wijayanti, 2007).

Sinar yang dibiaskan dari sampel juga melewati celah (*slit*) sebelum ditangkap oleh detektor sinar X, sehingga sinar yang dibiaskan tidak menyebar dan kemudian melewati celah *soller* (*soller slit*). Celah ini berfungsi untuk mengarahkan sinar X yang akan dicatat oleh detektor dan akan mengeliminasi hamburan yang tidak berguna dalam difraksi. Sinar tersebut akan melewati penyaringan monokromator sekunder yang berfungsi sebagai penghasil sinar X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Sinar X yang dihasilkan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar X untuk hampir semua jenis material (Wijayanti, 2007).

Metode ini dapat menganalisis mineral berdasarkan bentuk kristalnya. Penelitian yang dilakukan Chandra *et al* (2012) menunjukkan bahwa silika pada abu sekam padi yang dikarakterisasi menggunakan XRD bersifat amorf dengan menghasilkan puncak yang landai pada kisaran 20-22°. Silika non-kristalin akan memberikan pola XRD amorf, dimana pola ini menunjukkan sebuah *hump* (undukan) dengan intensitas maksimum sekitar 4 Å (Herdianita, 1999). Kegunaan metode ini adalah :

- a. Penentuan struktur kristal yaitu bentuk dan ukuran sel satuan kristal, pengindeksan bidang kristal dan jumlah atom persel satuan.
- b. Analisis kimia, yaitu identifikasi kristal, penentuan kemurnian hasil sintesis dan deteksi senyawa baru.

(Ewing,1985).

2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menganalisis gambar sampel permukaan dengan pemindaian menggunakan energi tinggi, elektron dalam raster dapat dilihat sebagai

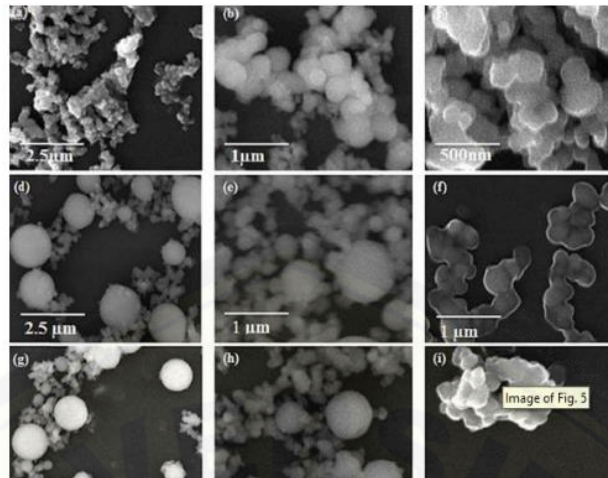
gambaran permukaan. Elektron yang berinteraksi dengan atom yang membentuk sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang sampel dari permukaan topografi, komposisi dan properti lainnya seperti daya konduksi listrik. Analisa struktur mikro dari suatu bahan dapat dilakukan dengan menggunakan SEM. Prosedur preparasi sampel dan pemotretannya adalah sebagai berikut :

- a. Sampel yang akan dianalisa dengan SEM harus dipoles dengan *diamond paste* mulai dari ukuran yang paling kasar hingga 0,25 μm , dimana permukaannya menjadi halus dan rata.
- b. Pembersihan permukaannya dari lemak dan pengotor lainnya dengan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 2 menit dan menggunakan bahan alkohol.
- c. Pelapisan permukaan sampel dengan bahan emas dan selanjutnya di foto bagian-bagian yang diinginkan dengan pembesaran tertentu.

(Aplestiasfika, 2007).

Pada prinsipnya SEM secara umum terdiri dari beberapa komponen yaitu kolom elektron, ruang sampel, sistem pompa vakum, control elektronik dan sistem pencitraan bayangan. Kumbaran scan (*scanning coil*) dalam SEM yang berarus listrik dipakai untuk menimbulkan medan magnetik yang berlaku sebagai lensa untuk memfokuskan berkas elektron pada benda yang diselidiki dan alat ini menghasilkan bayangan yang diperbesar pada layar pendar (*fluoresen*) atau alat fotografik. Lapisan yang tipis dan seluruh sistem divakumkan untuk menghindari penghamburan bayangan yang dihasilkan (Beiser, 1987).

Penelitian Zulfiqar *et al* (2016) menunjukkan bahwa naosilika dihasilkan dari analisis menggunakan SEM. Perbesaran 100 kali hingga 10.000 kali digunakan untuk mengamati morfologi partikel yang diambil secara acak. Perbesaran 100 kali digunakan untuk mengamati sebaran ukuran partikel. Perbesaran 10.000 kali digunakan untuk mengamati morfologi partikel tunggal.



Gambar 2.7. Morfologi silika (Sumber : Zulfiqar *et al*, 2016)

2.6.3 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm). Spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif karena spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis. Analisis kuantitatif zat tunggal dilakukan dengan pengukuran nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Hal ini dikarenakan perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi yaitu paling besar pada panjang gelombang maksimum, sehingga akan diperoleh sensitivitas analisis yang maksimal. Hasil pengukuran akan optimum apabila komponen-komponen yang digunakan berfungsi dengan baik. Komponen-komponen spektrofotometri UV-Vis yaitu:

- Sumber sinar yang digunakan berupa lampu deuterium atau hidrogen untuk pengukuran UV dan lampu tungsten untuk daerah *visible*.
- Monokromator digunakan untuk menguraikan sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis.
- Detektor berfungsi untuk mengubah sinyal radiasi menjadi sinyal elektronik.

d. Kuvet merupakan tempat sampel yang akan dianalisis.

(Mulja dan Suharman, 1995).

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis adalah cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun tungsten yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Cahaya polikromatis akan menjadi cahaya monokromatis (tunggal) melalui monokromator. Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Detektor akan menerima cahaya yang dilewatkan dan kemudian akan menghitung cahaya yang diterima sehingga mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya ini sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan mengetahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Khopkar, 1984). Menurut hukum Lambert-Beer pengukuran jumlah zat penyerap atau konsentrasi zat sebanding dengan nilai absorbansi. Persamaanya yaitu :

$$A = \text{Log} (P_0 - P) = abc$$

P_0 (intensitas sinar), P (intensitas sinar diteruskan) dan a (absorptivitas molar) (Fritz dan Schenk, 1966).

Analisis kuantitatif menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis banyak digunakan karena memiliki sensitivitas yang baik. Metode ini juga memiliki keunggulan dengan biaya analisis yang rendah dan penanganan yang mudah. Penggunaan metode ini bersifat efisien dalam analisis kuantitatif beberapa senyawa. Salah satunya karbon aktif yang digunakan untuk mengetahui daya adsorpsinya. Reagen yang dapat digunakan untuk menguji daya adsorpsi karbon aktif adalah metilen biru. Konsentrasi metilen biru yang berada dalam larutan dapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm (Gao *et al*, 2010). Warna-warna komplementer pada spektrum sinar tampak dapat dilihat pada tabel 2.5.

Tabel 2.5 warna-warna komplementer pada spektrum sinar tampak

Panjang gelombang/nm	Warna yang diserap	Warna komplementer
<200	Ultraviolet jauh	Tidak berwarna
300	Ultraviolet dekat	Tidak berwarna
420	Violet	Kuning lemon
430	Indigo	Kuning
470	Biru	Oranye
500	Hijau-biru	Merah
530	Hijau	Lembayung
560	Kuning lemon	Violet
580	Kuning	Indigo
620	Oranye	Biru
700	Merah	Hijau-bitu
>1000	Inframerah	Tidak berwarna

(Sumber: Effendy, 2007).

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan Laboratorium Geologi Mekanika Tanah Jurusan Teknik Sipil Fakultas Teknik Universitas Jember. Analisa SEM dilakukan di Laboratorium Pusat geologi Bandung dan analisa XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh November. Waktu penelitian dilakukan pada bulan Maret hingga November 2018.

3.2 Alat dan Bahan

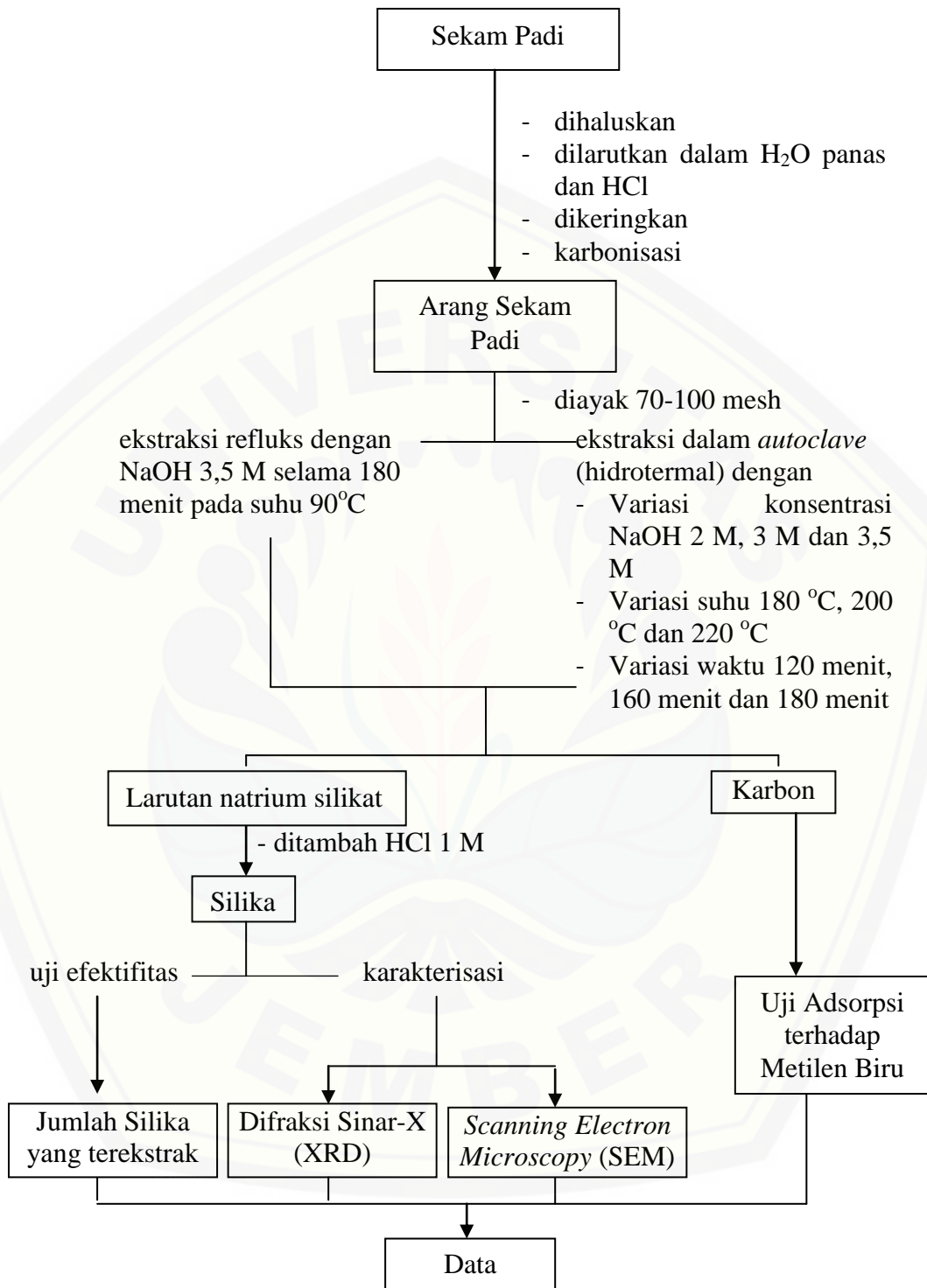
3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya yaitu gelas beaker 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1 L dan 2 L, gelas ukur 100 mL, Labu ukur 25 mL, 50 mL, 100 mL, dan 250 mL, erlenmeyer 100 mL, pipet mohr 1 mL dan 10 mL, ayakan 70 dan ayakan 100 mesh, batang pengaduk, pipet tetes, mortar, labu leher tiga dan sumbat, set alat refluks, termometer, pengaduk magnet, anak stirrer, oven, neraca analitik, kertas saring *whatmann* No. 41, corong gelas, *buchner*, *autoclave* hidrotermal, cawan, shaker, furnace, alat X-ray Diffraction (XRD), alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan alat spektrofotometer UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya yaitu, sekam padi, NaOH (Pa), HCl (Merck, 37%), akuades, kertas saring *whatmann* no.41, aluminium foil, metilen biru (Merck, 82%), indikator pH universal.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel

Sekam padi sebanyak 100 gram terlebih dahulu dicuci dengan merendamnya menggunakan akuades 575 mL selama 2 jam dengan dipanaskan dan diaduk menggunakan pengaduk magnet, lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Sekam padi kemudian dicuci dengan HCl 1 M sebanyak 500 mL. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 1 jam kemudian disaring dengan corong *buchner* menggunakan kertas saring *whatmann* No. 41. Residu dibilas dengan akuades sampai netral yang diukur dengan indikator pH universal. Residu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam.

Sekam padi dari proses diatas dikarbonisasi menggunakan furnace dengan suhu 400°C pada waktu 120 menit sampai terbentuk arang (Siahaan *et al*, 2013). Sekam padi yang telah menjadi arang sekam kemudian dihaluskan dan diayak sampai lolos pada ayakan 70 sampai 100 mesh. Serbuk arang sekam yang dihasilkan merupakan arang sekam padi yang telah dipreparasi.

3.4.2 Penentuan Kadar Silika pada Arang Sekam Padi

Sekam padi yang melalui proses karbonisasi menghasilkan arang sekam ditentukan kadar silikanya untuk mengetahui efektifitas metode ekstraksi yang digunakan. Arang sekam padi sebanyak 1,200 gram di masukkan kedalam cawan. Cawan kemudian dimasukkan kedalam *furnace* dan dipanaskan pada suhu 700°C selama 5 jam. Massa yang dihasilkan kemudian ditimbang dan ditentukan kadar silikanya dengan persamaan 3.1.

$$\text{Kadar silika (\%)} = \frac{\text{massa silika yang dihasilkan}}{\text{massa arang sekam yang digunakan}} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.1)$$

Nilai presentase yang dihasilkan dianggap sebagai kadar silika total pada arang sekam padi.

3.4.3 Ekstraksi Silika dan Pembentukan Karbon Aktif menggunakan Metode Hidrotermal

a. Ekstraksi Silika

Sampel arang sekam padi yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 10 gram kemudian dipanaskan dalam *autoclave* dengan perlakuan variasi konsentrasi NaOH sebanyak 70 mL, suhu dan waktu sesuai pada tabel 3.1.

Tabel 3. 1. Variasi Perlakuan Ekstraksi Silika menggunakan Metode Hidrotermal

Variasi	Perlakuan	Konsentrasi NaOH (M)	Suhu (°C)	Waktu (menit)
Konsentrasi pelarut NaOH	1	2	200	180
	2	3	200	180
	3	3,5	200	180
Suhu	1	3,5	180	180
	2	3,5	200	180
	3	3,5	220	180
Waktu	1	3,5	220	120
	2	3,5	220	160
	3	3,5	220	180

Campuran yang diperoleh pada masing-masing perlakuan kemudian disaring dengan corong *buchner* dan kertas saring *whatmann* no. 41. Filtrat natrium silikat yang diperoleh ditampung dalam gelas beaker. Silika diendapkan dengan cara menambahkan larutan HCl 1 M ke dalam filtrat secara bertahap sambil diaduk dengan pengaduk magnet hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7). Pengukuran pH dilakukan menggunakan indikator pH universal. Endapan silika kemudian didiamkan dalam suhu ruang selama 18 jam. Endapan disaring dan dibilas menggunakan akuades untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 8 jam hingga beratnya konstan (Andriana, 2016). Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500°C selama 150 menit. Massa silika yang telah dihasilkan ditimbang selanjutnya dihitung % silika yang terekstrak menggunakan persamaan rumus 3.2 dan efektifitas metode ekstraksi menggunakan persamaan rumus 3.3

$$\% \text{ silika terekstrak} = \frac{\text{massa silika hasil ekstraksi}}{\text{massa arang sekam padi terpreparasi}} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.2)$$

$$\text{Efektifitas ekstraksi (\%)} = \frac{\text{rendemen silika hasil ekstraksi}}{\text{kadar silika pada arang sekam}} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.3)$$

b. Pembentukan Karbon Aktif

Karbon yang diperoleh dari residu pada kertas saring setelah penyaringan hasil pemanasan dalam *autoclave*, selanjutnya dicuci dengan air panas 2-3 kali dan dinetralisasi dengan larutan HCl 0,1 M hingga mencapai pH konstan (rentang pH 6,5–7,0). Residu yang telah dinetralisasi kemudian dikeringkan pada suhu 120°C selama 24 jam dan disimpan dalam desikator sebelum digunakan untuk uji adsorpsi terhadap zat warna metilen biru (Van dan Thi, 2014).

3.4.4 Ekstraksi Silika dan Pembentukan Karbon Aktif menggunakan Metode Refluks

a. Ekstraksi Silika

Sampel arang sekam padi yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 10 gram dan dicampur dengan konsentrasi pelarut NaOH 3,5 M dengan volume NaOH sebanyak 70 mL. Campuran kemudian direfluks menggunakan labu leher tiga selama 180 menit pada suhu 90°C sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet. Campuran kemudian disaring dengan corong *buchner* dan kertas saring *whatmann* no. 41. Filtrat yang diperoleh berupa natrium silikat ditampung dalam gelas beaker. Silika diendapkan dengan cara menambahkan larutan HCl 1 M ke dalam filtrat secara bertahap sambil diaduk dengan pengaduk magnet hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7). Pengukuran pH dilakukan menggunakan indikator pH universal. Endapan silika kemudian didiamkan dalam suhu ruang selama 18 jam. Endapan disaring dan dibilas menggunakan akuades untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 8 jam hingga beratnya konstan (Andriana, 2016). Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500°C selama 150 menit. Massa silika yang telah dihasilkan ditimbang selanjutnya dihitung % silika yang terekstrak menggunakan persamaan rumus 3.2 dan efektifitas metode ekstraksi menggunakan persamaan rumus 3.3.

b. Pembentukan Karbon Aktif

Karbon yang diperoleh dari residu pada kertas saring setelah penyaringan hasil pemanasan metode refluks, selanjutnya dicuci dengan air panas 2-3 kali dan dinetralisasi dengan larutan HCl 0,1 M hingga mencapai pH konstan (rentang pH 6,5–7,0). Residu yang telah dinetralisasi kemudian dikeringkan pada suhu 120°C selama 24 jam dan disimpan dalam desikator sebelum digunakan untuk uji adsorpsi (Van dan Thi, 2014).

3.4.5 Uji Adsorpsi Metilen Biru pada Karbon Aktif

Uji adsorpsi dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi karbon aktif yang dihasilkan setelah proses ekstraksi silika menggunakan metode hidrotermal dan metode refluks terhadap zat warna metilen biru. Konsentrasi zat warna metilen biru setelah adsorpsi diukur menggunakan metode spektrofotometri Uv-Vis.

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan yang digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi adalah larutan standar metilen biru konsentrasi 50 ppm yang diencerkan menjadi konsentrasi 0,1; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; dan 4 ppm. Blanko yang digunakan adalah akuades. *Scanning* dilakukan menggunakan larutan standar pada konsentrasi 4 ppm pada panjang gelombang 550-700 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Larutan standar masing-masing variasi konsentrasi kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dari hasil *scanning* dengan spektrofotometer. Data absorbansi yang diperoleh sebagai hasil pengukuran dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi metilen biru (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Persamaan garis akan diperoleh dari kurva tersebut, selanjutnya akan digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan metilen biru setelah adsorpsi.

b. Uji Adsorpsi

Karbon aktif seberat 0,1 gram ditambahkan ke dalam larutan metilen biru 4 ppm sebanyak 20 mL, kemudian ditempatkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditutup dengan aluminium foil. Sampel selanjutnya diaduk

menggunakan shaker dengan kecepatan pengadukan konstan selama 75 menit. Karbon aktif setelah pengadukan dipisahkan dari larutannya dan filtrat diukur konsentrasinya sebagai konsentrasi metilen biru setelah adsorpsi.

c. Pengukuran Konsentrasi Metilen Biru setelah Adsorpsi

Absorbansi larutan metilen biru setelah adsorpsi diukur pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah akuades. Data absorbansi yang diperoleh selanjutnya disubstitusikan ke dalam persamaan garis pada kurva kalibrasi untuk menentukan konsentrasinya.

d. Penentuan Daya Adsorpsi Karbon Aktif

Penentuan daya adsorpsi karbon aktif terhadap metilen biru dilakukan dengan menghitung efisiensi penyisihan metilen biru berdasarkan persamaan 3.4.

$$\% \text{penyisihan} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \% \dots \dots \dots (3.4)$$

C_e merupakan konsentrasi MB pada kondisi kesetimbangan (mg/L) dan C_o merupakan konsentrasi MB pada kondisi awal (mg/L).

3.4.6 Karakterisasi Silika

a. Analisis Kualitatif dengan XRD

Sampel berupa silika hasil ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dan metode refluks ditimbang sebanyak 0,5 – 1 gram sampel kemudian dimasukkan kedalam *sample holder*. Fase kristal diamati menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). XRD menggunakan radiasi Cu-K α dengan panjang gelombang (λ) 1.54180 Å. Difraktogram dipindai mulai 10° sampai 60° (2 θ) dengan laju pemindaian 3° per menit.

b. Analisa Kualitatif dengan SEM

Morfologi dan ukuran kristal yang dihasilkan, ditentukan menggunakan *Scanning Electron Microscope*. Sedikit sampel berupa silika hasil ekstraksi menggunakan metode hidrotermal dan metode refluks diambil dan diletakkan pada plat logam yang telah diberi *doubletape* agar sampel menempel dengan sempurna. Lalu, dilakukan proses pemompaan untuk

menyedot sampel yang tidak menempel secara sempurna agar tidak merusak pompa vakum pada alat SEM. Sampel tersebut kemudian dilapisi dengan emas, untuk selanjutnya dipindai dengan perbesaran mulai 3.500 kali hingga 10.000 kali. Perbesaran rendah digunakan untuk mengamati keseragaman ukuran agregasi partikel sedangkan perbesaran tinggi digunakan untuk mengamati bentuk partikel.

3.4.7 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan NaOH 2 M, 3 M dan 3,5 M

Larutan NaOH 2 M, 3 M dan 3,5 M masing-masing dibuat dengan menimbang padatan NaOH berturut-turut sebanyak 8 gram, 12 gram dan 14 gram, kemudian masing-masing dimasukkan ke dalam *beaker glass*. NaOH tersebut kemudian ditambahkan akuades. NaOH yang telah dilarutkan dalam akuades masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang kemudian diencerkan hingga tanda batas labu ukur dikocok secara perlahan sampai larutan bersifat homogen.

b. Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

Larutan HCl 0,1 M dibuat dengan mengambil 0,41 mL dari HCl 37%, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur dikocok secara perlahan sampai larutan bersifat homogen.

c. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 1 M dibuat dengan mengambil 41,5 mL dari HCl 37%, dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur dikocok secara perlahan sampai larutan bersifat homogen.

d. Pembuatan Larutan Induk metilen biru

Larutan induk zat warna metilen biru 1000 mg/L dibuat dengan cara menimbang metilen biru sebanyak 1,000 g, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dilarutkan dengan sedikit akuades sampai terlarut sempurna. Larutan metilen biru kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Labu ukur dikocok secara perlahan agar larutan homogen.

e. Pembuatan Larutan sampel metilen biru 50 mg/L

Larutan sampel metilen biru 50 mg/L dibuat dengan cara mengambil larutan induk sebanyak 12,5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Labu ukur dikocok secara perlahan agar larutan homogen.



BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Semakin besar konsentrasi NaOH, suhu dan waktu yang digunakan dalam metode hidrotermal, semakin tinggi hasil ekstraksi SiO₂
2. Semakin besar konsentrasi NaOH, suhu dan waktu yang digunakan dalam metode hidrotermal, semakin besar daya adsorpsi karbon aktif yang diperoleh
3. Metode hidrotermal lebih efektif dalam mengekstrak SiO₂ daripada metode refluks
4. Karbon aktif yang dihasilkan melalui metode hidrotermal memiliki daya adsorpsi terhadap metilen biru lebih besar daripada karbon aktif yang dihasilkan dari metode refluks
5. Silika yang dihasilkan dari metode hidrotermal dan metode refluks memiliki struktur amorf, tetapi metode hidrotermal memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibanding metode refluks.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini lebih lanjut dalam ekstraksi silika dan pembentukan karbon aktif dengan metode hidrotermal bisa dilakukan menggunakan konsentrasi NaOH lebih tinggi. Suhu dan waktu reaksi digunakan *range* yang lebih besar. Hal ini memungkinkan mendapatkan hasil rendemen silika yang lebih banyak dan daya adsorpsi karbon aktif yang lebih besar.

DAFTAR PUSTAKA

- Affandi, S., Heru, S., Sugeng, W., Agus, P., dan Ratna B. 2009. A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash. *Advanced Powder Technology*. 20: 468–472.
- Agung, G. F., M. R. Hanafie, dan P. Mardina. 2013. Ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan pelarut KOH. *Konversi*. 2(1): 28-31.
- Alfiany, H., Bahri, S., dan Nurakhirawati. 2013. Kajian Penggunaan Arang Aktif Tongkol Jagung Sebagai Adsorben Logam Pb Dengan Beberapa Aktivator Asam. *Jurnal Natural Science*. 2(3): 75-86.
- Alqab, A.S.F., dan I. Sopyan. 2009. Low temperature hydrothermal synthesis of calcium phosphate ceramics: effect of excess ca precursor on phase behaviour. *Indian Journal of Chemistry*. 48A: 1492-1500.
- Andriana, N. 2016. Pemanfaatan Silika Gel berbasis Abu Terbang (Fly Ash) Batubara PLTU Paiton Probolinggo sebagai Adsorben Zat Warna Metilen Biru. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Aplesiasfika, H. 2007. Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi $\text{TiO}_2 \cdot \alpha\text{Au}$ Nanopartikel dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Badan Pusat Statistik. 2017. *Produksi Padi Menurut Provinsi (Ton)*. Jakarta: BPS- Statistics Indonesia.
- Barrer, M. R. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. California: University of California.
- Beiser, A. 1987. *Konsep Fisika Modern Edisi ke-4, Alih Bahasa DR. The Houw Liong*. Jakarta: Erlangga.

- Bharadwaj, A., Wang, Y., Sridhar, S. & Arunachalam V.S. 2004. Pyrolysis of rice husk. *Current Science*. 87(7): 981-986.
- Byrappa K, dan Y. Masahiro. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology*. New Jersey: Noyes Publications.
- Chandra, A., Miryanti, A., Widjaja, L., dan Andika, P. 2012. Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi. *Skripsi*. Bandung: Universitas Katolik Parahayangan.
- Chang, R. 1998. *Chemistry, 6th Ed*. Oxford: Oxford University Press.
- Della, V. P., I. Kuhn, dan D. Hotza. 2002. Rice husk ash an alternate source for active silica production. *Materials Letters*. 57(4): 818-821
- Derakhshan, Z., M. A. Baghapour, M. Ranjbar, dan M. Faramarzian. 2013. Adsorption of methylene blue dye from aqueous solutions by modified pumice stone. *Kinetics and Equilibrium Studies*. 2(3): 136-44.
- Djarmiko, B., S. Ketaren dan S. Setyahartini. 1985. *Pengolahan Arang dan Kegunaannya*. Bogor: Agro Industri Press, Jurusan Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian IPB.
- Edi, Soenarjo, S. Djoko, Damardjati, dan M. Syam. 1991. *Padi Buku 3*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Effendy. 2007. *Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Eriko, A. Yuji, K. dan Ryoza, N. 2017. Elute Soluble Silica Content In Rice Husk Charcoal Produced by Rice Husk Burner. *Jurnal of The Japan Institute of Energy*. 96: 217-277.
- Ewing, Galen W. 1985. *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. New York: McGraw-Hill Book Company.

- Futri, W. Umiatin. dan Esmar, B. 2015. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH pada karbon aktif tempurung kelapa untuk adsorpsi logam Cu^{2+} . *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. 16(2): 60-64.
- Fritz, J., S., and Schenk, G., H. 1966. *Quantitative Analytical Chemistry*. Toronto: Allyn and Bacon, Inc.
- Gao-Feng F., J. Wang, B. Xu, H. Gao, X. Xu-Lin, H. Cheng. 2010. Influence of Hydrothermal Temperature on Structure and Microstructure of Boehmite. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 20: 221-225.
- Ghozali, D. Sumiwi, dan S. A. Suratman 1996. Pengaruh ekstrak antanan dalam bentuk salep, krim dan jelly terhadap penyembuhan luka bakar. *Cermin Dunia Kedokteran*. 108: 131-136
- Ginancar R.R., A. Ma'ruf, H. A. Mulyadi. 2014. Ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan pelarut NaOH. *Prosiding Seminar Nasional Hasil-Hasil Penelitian dan Pengabdian LPPM UMP 2014*. 306-311.
- Hara. 1986. *Utilization of Agrowaste for Building Material*. Japan: International Research and Development Cooperation Division, AIST, MITI.
- Harborne, J. B. 1987. *Metode Fitokimia : Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Bandung: ITB Press
- Haryadi, 2006. *Teknologi Pengolahan Beras*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Hendra, D., dan S. Darmawan. 2007. *Sifat Arang Aktif dari Tempurung Kemiri*. *Forrest Product Research*. 25(4): 291-302.
- Herdianita, N. R., H. L. Ong, E. A. Subroto, dan B. Priadi. 1999. Pengukuran Kristalinitas Silika berdasarkan Metode Difraktometer Sinar-X. *Proc ITB*. 31(1): 41-47.

- Hieu, N., M. Korobochkin, V., V. dan Tu, N., V. 2015. A study of silica separation in the production of activated carbon from rice husk in Viet Nam. *Procedia Chemistry*. 15: 308-312.
- Huang, M., Jianping Cao, Xing Meng, Yangsi Liu, Wei Ke, Jialiang Wang and Ling Sun. 2016. Preparation of SiO₂ Nanowires from Rice Husks by Hydrothermal Method and the RNA Purification Performance. *Chemical Physics Letters*. 662: 42-46.
- Husnain. 2010. *Mengenal Silika sebagai Unsur Hara*. Bogor: Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Ismail, M. S. dan Waliuddin, A. M. 1996. Effect of Rice Husk Ash on High Strength Concrete. *Construction and Building Materials*. 10(1): 521 – 526.
- Ismunadji, M., S. Partohardjono, M.M. Syam, dan A. Widjono. 1988. *Padi Buku 1*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Iyenagbe, B. U. dan Othman, M. 2012. A Critical Assesment and New Research Directions of Rice Husk Silica Processing Metods and Properties. *Journal of Science and Technology*. 6(03): 430-448.
- Jankowska, H., A. Swiatkowski, dan J. Choma. 1991. *Active Carbon*. London: Horwood Press.
- Jones, T. S. 2000. *Silicon Containing Polymers*. New York: U.S. Geological Survey Minerals Yearbook.
- Karakas, Z. K., R. Bocukcuoglu, I. H. Karakas, dan M. T. Yilmaz. 2012. The effect of ph in nickel ferrite nanoparticles synthesis by hydrothermal method. *Proceedings of The International Conference Nanomaterials: Applications and Properties*. 1(1): 1-4.

- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
- Kim, D. S., dan S. Y. Kwak. 2007. *The hydrothermal Synthesis of Mesoporous TiO₂ with High Crystallinity, Thermal Stability, Large Surface Area, and Enhanced Photocatalytic Activity*. Catal. A: General.
- Kirk, R.E., and Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology Fourth Edition*. USA: John Wiley and Sons, Inc.
- Makarim, A. K., dan E. Suhartatik. 2007. *Morfologi dan Fisiologi Tanaman Padi*. Jakarta: Balai Besar Penelitian Tanaman Padi.
- Mayer, V. A., dkk. 2005. *ASTM Dictionary of Engineering Science and Technology Tenth Edition*. Amerika: ASTM International.
- Mittal, D. 1997. Silica from ash: a valuable product from waste material. *Resonance*. 2(7): 64-65.
- Mochidzuki, K., A. Sakoda, M. Suzuki, J. Izumi, and N. Tomonaga. 2001. Structural Behavior of Rice Husk Silica in Pressurized Hot-Water Treatment Process. *Indus. Eng. Chem.* 40: 5705 – 5709.
- Morey, G.W. 1953. Hydrothermal synthesis. *J. Am. Ceram. Soc.* 36(13): 279.
- Muchsony, M. I. 1997. Potensi Bioaktif Ekstrak Ranting Tumbuhan Betung (*Dysoxylum excelsum*) terhadap Mortalitas Larva Udang (*Artemia salina* L). *Skripsi*. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Mulja, M., Suharman. 1995. *Analisis Instrumen Cetakan 1*. Surabaya : Airlangga University Press.
- Nallathambi, G., T. Ramachandran, V. Rajendran, and R. Palanivelu. 2011. Effect of Silica Nanoparticle and btca on Phsyscal Properties of Cotton Fabrics. *Material Research*. 14(4): 552-559.

- Nejad S J, Aboali G. 2011. Experimental design for the optimization of hydrothermal synthesis of samarium oxide (Sm_2O_3) nanoparticles under supercritical water condition. *International Journal of Chemical Engineering and Application*. 2(4) : 243-247.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*. John Willey & Sons, Inc. New York.
- Pujiyanto. 2010. *Pembuatan Karbon Aktif Super dari Batubara dan Tempurung Kelapa*. Depok: Universitas Indonesia.
- Purnamaningsih, R. 2006. Induksi kalus dan optimasi regenerasi empat varietas padi melalui kultur in vitro. *Jurnal AgroBiogen*. 2(2): 74-80.
- Ratu, A. S., Setyo, S. M., dan Nyoman S. 2014. *Adsorpsi Zat Warna Kationik (Methylene Blue) Menggunakan Karbon Aktif Tempurung Kelapa dan Batu Bara serta Efisiensi Regenerasinya*. Depok : Universitas Indonesia.
- Real, C., M. D. Alcala, dan J. M. Criado. 1996. Preparation of silica from rice husks. *J. Am. Ceram. Soc.* 79(8): 2012-2016.
- Retnosari A. 2013. Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika (SiO_2) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Sadat-Shojai, M., M. Atai, dan A. Nodehi. 2013. Method for Production of Biocompatible Nanoparticles Containing Dental Adhesive. *United States Patent*. 1-13.
- Sembiring, M. dan T. Sinaga. 2003. *Arang Aktif (Pengenalan dan Proses Pembuatannya)*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Serrano, G.V., V.J. Pator, F.A. Perez, V.C. Duran, and C.C. Valenzuela. 1996. FT-IR Study of Rockrose and of Char and Activated Carbon. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 3: 71-80.

- Shevla, G. 1985. *Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Terjemahan Aloysius Hadjana Pujatmika dari Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganik Analysis (1979) Fifth Edition*. Jakarta: PT Kalman Media Pusaka.
- Siahaan, S., Melvha H., dan Rosdanelli H. 2013. Penentuan Kondisi Optimum Suhu dan Waktu Karbonisasi pada Pembuatan Arang dari Sekam Padi. *Jurnal Teknik Kimia*. 2(1): 26-30.
- Sihotang, A., dan S. Dian. 2009. *Pemanfaatan Limbah Sekam Padi menjadi Arang Aktif sebagai Adsorben*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Smallman, R.E., dan R. J. Bishop. 1999. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Sudrajat, R. 1993. *Karakteristik Kayu Sebagai Bahan Energi*. Bogor: Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan.
- Sukardjo. 2013. *Kimia Fisika*. Malang: Rineka Cipta.
- Sumardi, P., Nurdin, R., dan Indra Perdana. 2012. Kinetika Pelarutan Silika Amorf dari Lumpur Panas Bumi Dieng. *Jurnal Rekayasa Proses*. 6(1): 1-6
- Suratmin, U. 2014. Pengaruh waktu aktivasi dan ukuran partikel terhadap daya serap karbon aktif dari kulit singkong dengan aktivator NaOH. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*. 1-4.
- Surdia, T., dan Chijiwa, K. 2000. *Teknik Pengecoran Logam*. Cetakan ke-8. Jakarta: PT Pradnya Paramita.
- Svehla, G. 1979. *Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis Fifth Edition*. New York: Longman Inc.

- Theeba, M., Robert T. Bachmann, Illani Z.I, Zulkefli M., Husni M.H.A and Samsuri A.W. 2012. Characterization of local mill rice husk charcoal and its effect on compost properties. *Journal of Soil Science*. 16: 89-102.
- Treybal, R. E. 1981. *Mass-Transfer Operations*. Singapura: Mc Graw Hill Company.
- Triwahyuni, E. 2003. *Types and Distribution of the Iron Species Formed in The Zeolite Structure*. Pakistan: 7th Eurasia Chemical Conference.
- Umeda, J., dan K. Kondoh. 2008. High-purity amorphous silica originated in rice husks via carboxylic acid leaching process. *Journal of Materials Science*. 43(22): 7084-7090.
- Van Khu Le and Thu Thuy Luong Thi. 2014. Activated Carbon Derived from Rice Husk by NaOH Activation and its Application in Supercapacitor. *Materials International*. 1-8.
- Wei, X., L. Xiao, J. Zhou, dan Z. S. Ping. 2011. Nanoporous carbon derived from risk husk for electrochemical capacitor application. *Advanced Materials Research*. 239-242: 2101-2106.
- Wijayanti, S. 2007. Analisa Pola – Pola Difraksi Sinar-X pada Material Serbuk Nd₆Fe₁₃Sn, Nd₆Fe₁₃Ge dan Nd₆Fe₁₃Si menggunakan Metode Rietveld Gsas. *Skripsi*. Surakarta: Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Wibowo, A. 2015. Sintesis nanosilika dari abu ketel menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu dan suhu proses. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Worasuwannarak. N., T. Sonobe, dan W. Tanthapanichakoon. 2007. Pyrolysis behaviors of rice straw, rice husk, and corncob by TG-MS technique. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 78(2): 265-271.

Zulfiqar, U. Subbhani, T. dan S. Husain, W. 2016. Synthesis and characterization of silica nanoparticles from clay. *Jurnal of Asian Ceramic Societes*. 2: 91-96.



LAMPIRAN

Lampiran 3. Perhitungan

3.1 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan NaOH 2 M, 3 M dan 3,5 M

$$1. M = \frac{n \text{ (mol)}}{V \text{ (L)}}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$2 M = \frac{\left(\frac{\text{massa}}{40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}\right)}{0,100 L}$$

$$\text{massa} = 2 \text{ mol/L} \times 0,100 L \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 8,000 \text{ g}$$

$$2. M = \frac{n \text{ (mol)}}{V \text{ (L)}}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$3 M = \frac{\left(\frac{\text{massa}}{40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}\right)}{0,100 L}$$

$$\text{massa} = 3 \text{ mol/L} \times 0,100 L \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 12,000 \text{ g}$$

$$3. M = \frac{n \text{ (mol)}}{V \text{ (L)}}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$3,5 M = \frac{\left(\frac{\text{massa}}{40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}\right)}{0,100 L}$$

$$\text{massa} = 3,5 \text{ mol/L} \times 0,100 L \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 14,000 \text{ g}$$

b. Pembuatan larutan HCl

1. Konsentrasi 0,1 M

$$M = \frac{n(\text{mol})}{V(\text{L})}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{Mr} \times \frac{1}{V}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{Mr} \times \frac{1}{\frac{m}{\rho}}$$

$$M = \frac{\text{Massa}}{Mr} \times \frac{\rho}{m}$$

$$M = \frac{37,0 \text{ g}}{36,50 \text{ g/mol}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{100 \text{ g}}$$

$$M = \frac{44,03 \text{ mol}}{3650 \text{ mL}}$$

$$M = 12,06 \text{ mol/L}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ M} \cdot V_1 = 0,1 \text{ M} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5 \text{ M mL}}{12,06 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,41 \text{ mL}$$

2. Konsentrasi 1 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ M} \cdot V_1 = 1 \text{ M} \cdot 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500 \text{ M mL}}{12,06 \text{ M}}$$

$$V_1 = 41,5 \text{ mL}$$

c. Pembuatan larutan Induk Metilen Biru 1000 mg/L

$$\begin{aligned} 1000 \text{ mg/L} &= \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \\ &= \frac{1,000 \text{ g}}{1000 \text{ mL}} \end{aligned}$$

d. Pembuatan Larutan Sampel Metilen Biru 50 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 50 \text{ mg/L} \cdot 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{12500 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 12,50 \text{ mL}$$

e. Pembuatan Larutan Standar Metilen Biru untuk Kurva Kalibrasi

1. Konsentrasi 0,5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

2. Konsentrasi 1 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 1 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,50 \text{ mL}$$

3. Konsentrasi 1,5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 1,5 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,75 \text{ mL}$$

4. Konsentrasi 2 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 2 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

5. Konsentrasi 2,5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 2,5 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

6. Konsentrasi 3 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 3 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

7. Konsentrasi 3,5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 3,5 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,75 \text{ mL}$$

8. Konsentrasi 4 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \cdot V_1 = 4 \text{ mg/L} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,0 \text{ mL}$$

3.2 Penentuan Kadar Silika pada Arang Sekam Padi

Perlakuan	Arang sekam (gram)	Cawan (gram)	Cawan + Silika (gram)	% Kadar Silika	Rata-rata
U1	1,200	20,317	20,656	28,25	28,05
U2	1,200	12,926	13,261	27,91	
U3	1,200	15,453	15,789	28,00	

Lampiran 4. Data Rendemen Silika dan Daya Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Hidrotermal dan Refluks

4.1 Data Rendemen Silika Hasil Hidrotermal dan Refluks

NaOH (M)	U1 (gram)			U2 (gram)			U3 (gram)			Rata-rata silika	Rendemen (%)	Efektifitas (%)
	Cawan	Cawan+silika	silika	cawan	Cawan+silika	Silica	Cawan	Cawan+silika	cawan			
2	20.317	21.697	1.380	20.543	21.945	1.402	20.318	21.712	1.394	1,392	13,92	49,62
3	20.540	21.996	1.456	20.320	21.767	1.447	20.783	22.263	1.480	1,461	14,61	52,08
3,5	20.320	21.912	1.592	20.781	22.367	1.586	20.540	21.830	1.590	1,589	15,89	56,66

Suhu (°C)	U1 (gram)			U2 (gram)			U3 (gram)			Rata-rata silika	Rendemen (%)	Efektifitas (%)
	Cawan	Cawan+silika	silika	cawan	Cawan+silika	Silica	Cawan	Cawan+silika	cawan			
180	20.653	22.125	1.472	20.764	22.230	1.466	20.654	22.124	1.470	1,469	14,69	52,38
200	28.584	30.081	1.498	28.637	30.197	1.560	28.453	30.000	1.547	1,535	15,35	54,72
220	28.543	30.241	1.698	28.657	30.389	1.732	28.798	30.512	1.714	1,714	17,14	61,13

Waktu (menit)	U1 (gram)			U2 (gram)			U3 (gram)			Rata-rata silika	Rendemen (%)	Efektifitas (%)
	Cawan	Cawan+silika	Silica	cawan	Cawan+silika	Silica	Cawan	Cawan+silika	cawan			
120	28.364	29.906	1.542	28.543	30.041	1.498	28.428	29.961	1.533	1,524	15,24	54,34
160	28.613	30.155	1.542	28.532	30.110	1.578	28.692	30.266	1.574	1,564	15,64	55,78
180	28.479	30.221	1.742	28.366	30.086	1.720	28.771	30.475	1.704	1,722	17,22	61,39

refluks	U1 (gram)			U2 (gram)			U3 (gram)			Rata-rata silika	Rendemen (%)	Efektivitas (%)
	Cawan	Cawan+silika	Silica	Cawan	Cawan+silika	Silica	Cawan	Cawan+silika	cawan			
	28.382	29.971	1.589	28.425	30.028	1.603	28.556	30.133	1.577	1,589	15,89	56,67

Contoh perhitungan efektifitas ekstraksi pada pengaruh konsentrasi 2 M

1. Perhitungan % silika yang terekstrak :

massa cawan kosong = 20,317

massa cawan + silika = 21, 697

massa silika = (massa cawan + silika) – massa cawan kosong

$$\begin{aligned} \text{massa silika} &= 21,697 - 20,317 \\ &= 1,380 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa arang sekam padi = 10,000 gram

Rumus % silika yang terekstrak yaitu :

$$\begin{aligned} \% \text{ silika terekstrak} &= \frac{\text{massa rata - rata silika hasil ekstraksi}}{\text{massa arang sekam padi terpreparasi}} \times 100 \% \\ \% \text{ silika terekstrak} &= \frac{1,392 \text{ gram}}{10,000 \text{ gram}} \times 100 \% \\ &= 0,1392 \times 100 \% \\ &= 13,92 \% \end{aligned}$$

2. Perhitungan kadar silika pada arang sekam padi (U1)

Massa cawan kosong = 20,317

Massa cawan + silika = 20,656

Massa silika = (massa cawan + silika) – massa cawan kosong

$$\begin{aligned} \text{Massa silika} &= 20,656 - 20,317 \\ &= 0,339 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa arang sekam padi = 1,200 gram

Rumus kadar silika pada arang sekam padi yaitu :

$$\begin{aligned} \text{Kadar silika (\%)} &= \frac{\text{massa silika yang dihasilkan}}{\text{massa arang yang digunakan}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,339}{1,200} \times 100 \% \\ &= 0,2825 \times 100 \% \\ &= 28,25 \% \end{aligned}$$

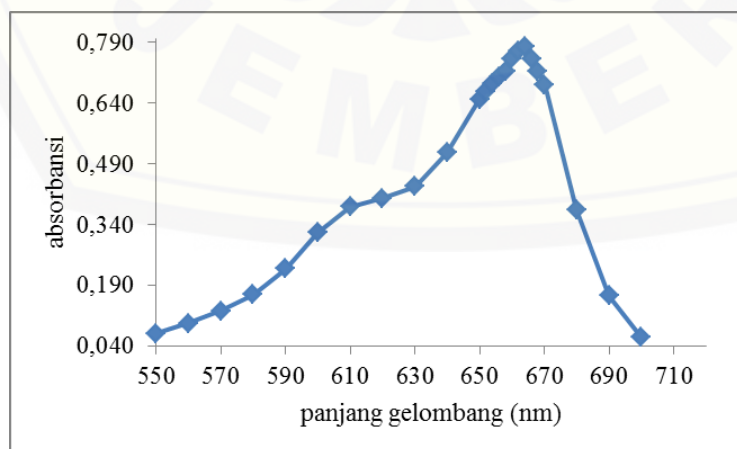
3. Perhitungan efektifitas ekstraksi

$$\begin{aligned} \text{Efektifitas ekstraksi (\%)} &= \frac{\text{silika yang terekstrak}}{\text{kadar silika pada arang sekam}} \times 100 \% \\ &= \frac{13,92}{28,05} \times 100 \% \\ &= 0,4962 \times 100 \% \\ &= 49,62 \end{aligned}$$

4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Metilen Biru

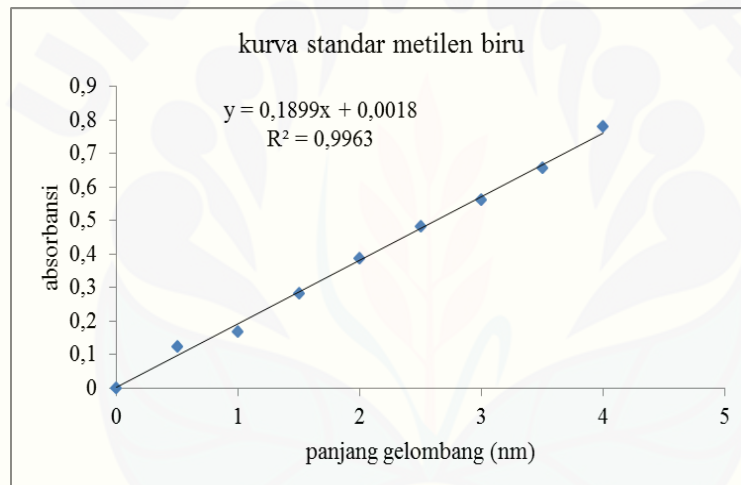
4.2.1 Scanning Panjang Gelombang

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi			Rata-rata	Standar deviasi
	U1	U2	U3		
550	0,073	0,074	0,066	0,071	0,0044
560	0,097	0,098	0,090	0,095	0,0044
570	0,128	0,129	0,121	0,126	0,0044
580	0,169	0,170	0,162	0,167	0,0044
590	0,232	0,233	0,225	0,230	0,0044
600	0,321	0,322	0,314	0,319	0,0044
610	0,386	0,387	0,379	0,384	0,0044
620	0,406	0,407	0,399	0,404	0,0044
630	0,435	0,436	0,428	0,433	0,0044
640	0,519	0,520	0,512	0,517	0,0044
650	0,652	0,653	0,645	0,650	0,0044
652	0,669	0,670	0,662	0,667	0,0044
654	0,690	0,691	0,683	0,688	0,0044
656	0,706	0,707	0,699	0,704	0,0044
658	0,721	0,722	0,714	0,719	0,0044
660	0,759	0,758	0,73	0,749	0,0165
662	0,767	0,780	0,762	0,770	0,0093
664	0,774	0,794	0,769	0,779	0,0132
666	0,739	0,772	0,732	0,748	0,0214
668	0,721	0,722	0,714	0,719	0,0044
670	0,688	0,689	0,681	0,686	0,0044
680	0,379	0,380	0,372	0,377	0,0044
690	0,166	0,167	0,159	0,164	0,0044
700	0,063	0,064	0,056	0,061	0,0044



4.2.2 Kurva Standar Metilen Biru

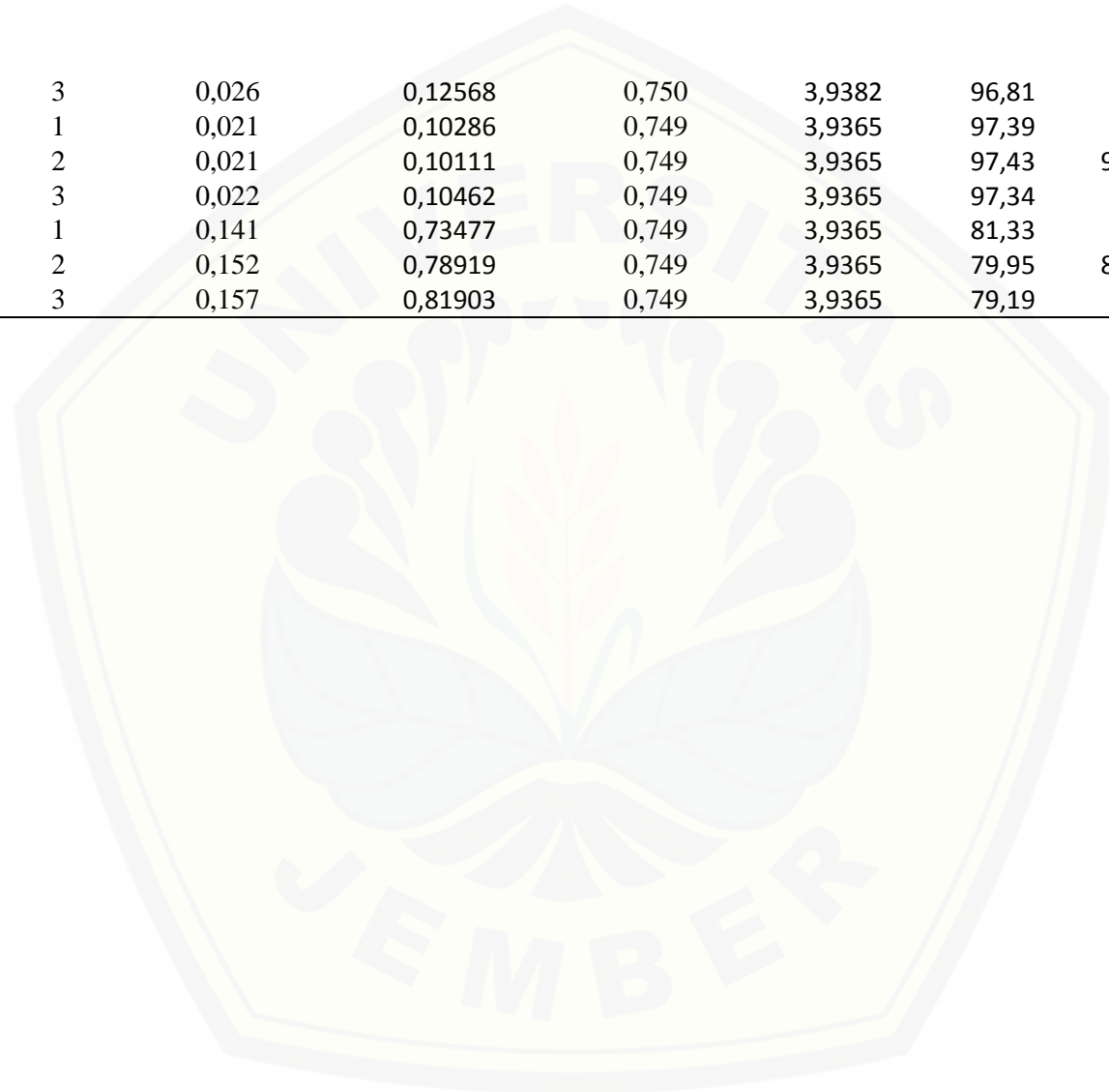
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata	Standar Deviasi
	U1	U2	U3		
0,0	0,000	0,000	0,000	0,0000	0,0000
0,5	0,121	0,125	0,127	0,1242	0,0030
1	0,168	0,170	0,163	0,1670	0,0036
1,5	0,280	0,276	0,284	0,2800	0,0040
2	0,387	0,392	0,382	0,3869	0,0050
2,5	0,482	0,472	0,493	0,4823	0,0105
3	0,560	0,553	0,568	0,5602	0,0075
3,5	0,654	0,666	0,645	0,6550	0,0105
4	0,774	0,794	0,769	0,7790	0,0132



4.3 Data Daya Adsorpsi Karbon Aktif Hasil Hidrotermal dan Refluks

Variasi	Pengulangan	Absorbansi metilen biru sesudah adsorpsi	Konsentrasi metilen biru sesudah adsorpsi	Absorbansi metilen biru sebelum adsorpsi	Konsentrasi metilen biru sebelum adsorpsi	% Penyisihan	Rata-rata	Standar deviasi
2 M, 180 menit, 200°C	1	0,035	0,17658	0,753	3,9575	95,54	95,42	0,168
	2	0,036	0,17834	0,753	3,9575	95,49		
	3	0,038	0,18887	0,753	3,9575	95,23		
3 M, 180 menit, 200°C	1	0,033	0,16605	0,753	3,9575	95,80	95,74	0,228
	2	0,036	0,17834	0,753	3,9575	95,49		
	3	0,032	0,16079	0,753	3,9575	95,94		
3,5 M, 180 menit, 200°C	1	0,029	0,14499	0,753	3,9575	96,34	96,50	0,179
	2	0,028	0,13972	0,753	3,9575	96,47		
	3	0,027	0,13095	0,753	3,9575	96,69		
3,5 M, 180 menit, 180°C	1	0,030	0,14674	0,753	3,9575	96,29	96,28	0,156
	2	0,031	0,15377	0,753	3,9575	96,11		
	3	0,029	0,14148	0,753	3,9575	96,43		
3,5 M, 180 menit, 200°C	1	0,028	0,13621	0,750	3,9382	96,54	96,59	0,077
	2	0,027	0,13095	0,750	3,9382	96,67		
	3	0,028	0,13621	0,750	3,9382	96,54		
3,5 M, 180 menit, 220°C	1	0,023	0,10988	0,750	3,9382	97,21	97,15	0,103
	2	0,024	0,11690	0,750	3,9382	97,03		
	3	0,023	0,10988	0,750	3,9382	97,21		
3,5 M, 120 menit, 220°C	1	0,029	0,14499	0,750	3,9382	96,32	96,45	0,118
	2	0,028	0,13797	0,750	3,9382	96,50		
	3	0,028	0,13621	0,750	3,9382	96,54		
3,5 M, 160 menit, 220°C	1	0,026	0,12568	0,750	3,9382	96,81	96,72	0,154
	2	0,028	0,13621	0,750	3,9382	96,54		

	3	0,026	0,12568	0,750	3,9382	96,81		
3,5 M, 180	1	0,021	0,10286	0,749	3,9365	97,39		
menit, 220°C	2	0,021	0,10111	0,749	3,9365	97,43	97,39	0,045
	3	0,022	0,10462	0,749	3,9365	97,34		
3,5 M, 180	1	0,141	0,73477	0,749	3,9365	81,33		
menit, 90°C	2	0,152	0,78919	0,749	3,9365	79,95	80,16	1,085
(Refluks)	3	0,157	0,81903	0,749	3,9365	79,19		



Contoh Perhitungan % Efisiensi Penyisihan

1. Perhitungan konsentrasi metilen biru sebelum adsorpsi (C_o)

Perhitungan ini menggunakan persamaan $y = 0,189x + 0,002$, dimana $y =$ absorbansi sebelum adsorpsi, $x =$ konsentrasi karbon aktif sebelum adsorpsi

- Variasi Konsentrasi 2 M

$$y = 0,1899x + 0,0018$$

$$0,753 = 0,1899x + 0,0018$$

$$0,753 - 0,0018 = 0,1899x$$

$$0,7512 = 0,1899x$$

$$\frac{0,7512}{0,1899} = x$$

$$3,9557 = x$$

2. Perhitungan konsentrasi metilen biru sesudah adsorpsi (C_e)

Perhitungan ini menggunakan persamaan $y = 0,189x + 0,002$, dimana $y =$ absorbansi sesudah adsorpsi, $x =$ konsentrasi karbon aktif sesudah adsorpsi

- Variasi Konsentrasi 2 M

$$y = 0,1899x + 0,0018$$

$$0,035 = 0,1899x + 0,0018$$

$$0,035 - 0,0018 = 0,1899x$$

$$0,0332 = 0,1899x$$

$$\frac{0,0332}{0,1899} = x$$

$$0,1748 = x$$

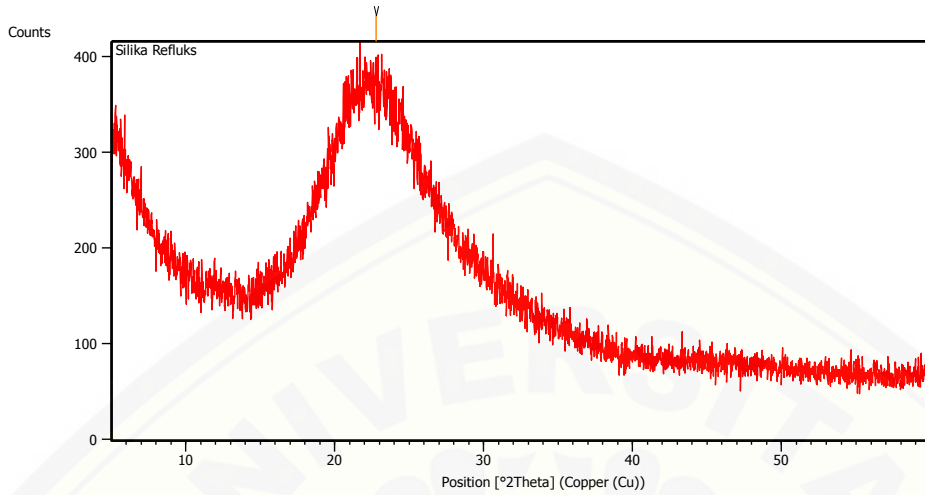
3. Perhitungan % penyisihan

- Variasi Konsentrasi 2 M

$$\begin{aligned} \% \text{ penyisihan} &= \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \% \\ &= \frac{3,9557 - 0,1748}{3,9557} \times 100 \% \\ &= \frac{3,7809}{3,9557} \times 100 \% \\ &= 0,9558 \times 100 \% \\ &= 95,58 \% \end{aligned}$$

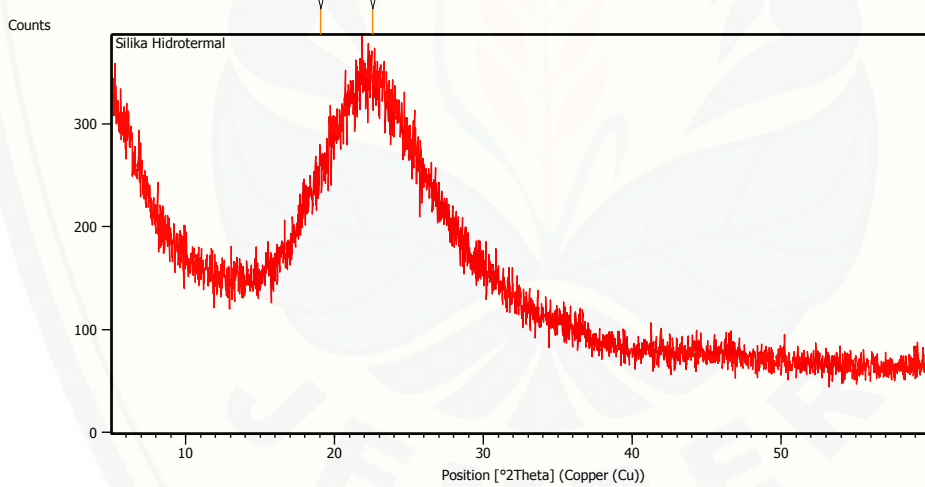
4.4 Hasil Analisis XRD Silika hasil Hidrotermal dan Refluks

4.4.1. Silika Refluks



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.5359	75.70	0.0900	3.90107	100.00

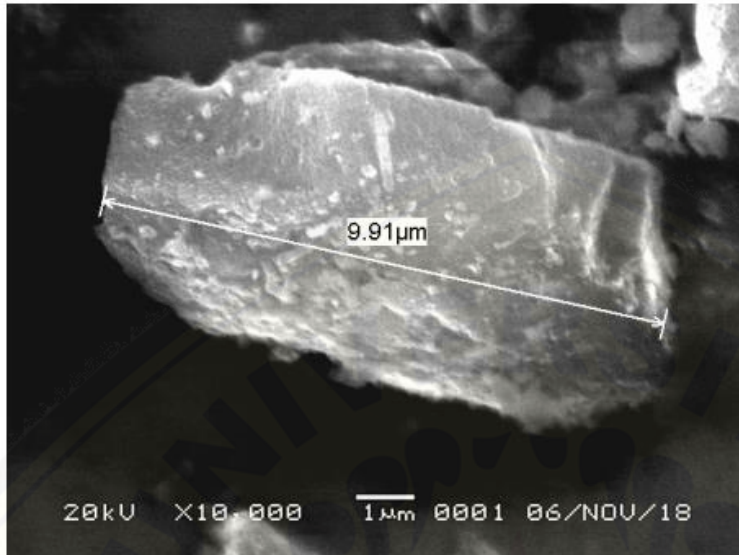
4.4.2. Silika Hidrotermal



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.7767	77.21	0.0900	3.94222	100.00

4.5. Hasil Analisis SEM Silika Hasil Hidrotermal dan Refluks

4.5.1. Ukuran partikel silika hasil refluks



4.5.2. Ukuran partikel silika hasil hidrotermal



No	Ukuran (μm)
1	3.17
2	4.23
Rata – rata ukuran partikel silika : 3,70 μm	