

monograf

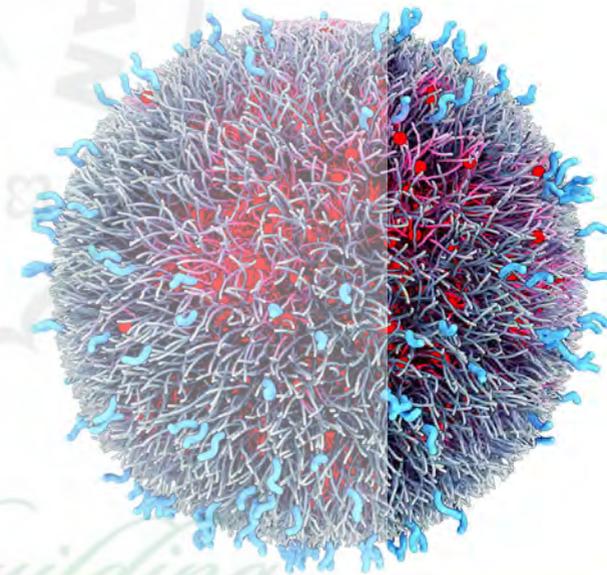


**Eva Marlina Ginting**, Dr, M.Si, Dra, NIP 196704221997022001, Pangkat Pembina, Gol IV A. Lahir di Medan Tanggal 22 April 1967. Riwayat pendidikan lulus SD Angkasa Medan tahun 1979. Lulus SMP Methodis 1 Medan tahun 1982, Lulus SMA Immanuel Medan tahun 1985. Melanjutkan studi ke Universitas Sumatera Utara Jurusan Fisika Tahun 1985 dan Lulus Sarjana Fisika Tahun 1990. Pada Tahun 1999 melanjutkan ke S2 PSL Universitas Sumatera

Utara Jurusan Fisika Tahun 1985 dan Lulus Sarjana Fisika Tahun 1990. Pada Tahun 1999 melanjutkan ke S2 PSL Universitas Sumatera Utara dan selesai tahun 2001, pada Tahun 2009 melanjutkan studi S3 di USU Program Studi Kimia Kosentrasi Fisika - Kimia lulus pada tahun 2014. Sebagai Dosen Jurusan Fisika UNIMED Sejak Tahun 1997 sampai sekarang dan dosen Pasca Sarjana Universitas Negeri Medan, Staf ahli di LPM Unimed mulai tahun 2005 sampai 2010 dan menjadi staff ahli di Pusdip KLH Unimed sejak tahun 2005 sampai sekarang. Beliau telah menulis bebrapa artikel baik nasional dan jurnal terakreditasi Dikti maupun internasional serta buku antara lain Ilmu Pengetahuan Bumi dan Antariksa (IPBA), Karakterisasi Material dan Profil Laboratorium, Mekanika, Elektrodinamika dan sifat mekanis nano komposit termoplastik HDPE dengan beberapa bahan pengisi

DR. EVA MARLINA GINTING, M.Si Polietilen Glikol menjadi Nano Partikel

## PENGOLAHAN ABU SEKAM PADI DENGAN SURFAKTAN POLIETILEN GLIKOL MENJADI NANO PARTIKEL



Dr. Eva Marlina Ginting, M.Si

  
UNIMED PRESS





MONOGRAF

PENGOLAHAN ABU SEKAM PADI  
DENGAN SURFAKTAN POLIETILEN  
GLIKOL MENJADI NANO PARTIKEL

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN

**UNDANG-UNDANG REPUBLIK INDONESIA NOMOR 19 TAHUN 2002  
TENTANG HAK CIPTA PASAL 72  
KETENTUAN PIDANA**

1. Barang siapa dengan sengaja dan tanpa hak mengumumkan atau memperbanyak suatu ciptaan atau memberikan izin untuk itu, dipidana dengan pidana penjara paling singkat 1 (satu) bulan dan/atau denda paling sedikit Rp1.000.000,00 (satu juta rupiah), atau pidana penjara paling lama 7 (tujuh) tahun dan/atau denda paling banyak Rp5.000.000.000,00 (lima miliar rupiah).
2. Barang siapa dengan sengaja menyerahkan, menyiarkan, memamerkan, mengedarkan, atau menjual kepada umum suatu Ciptaan atau barang hasil pelanggaran Hak Cipta atau Hak Terkait sebagaimana dimaksud pada ayat (1), dipidana dengan pidana penjara paling lama 5 (lima) tahun dan/atau denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).

Dr. Eva Marlina Ginting ,M.Si

MONOGRAF

PENGOLAHAN ABU SEKAM PADI  
DENGAN SURFAKTAN POLIETILEN  
GLIKOL MENJADI NANO PARTIKEL

UNIMED

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY

*UNIMED PRESS*  
UNIMED PRESS

MONOGRAF

**PENGOLAHAN ABU SEKAM PADI DENGAN SURFAKTAN POLIETILEN  
GLIKOL MENJADI NANO PARTIKEL**

Copyright©2016 Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang  
Dilarang mengutip, menscan atau memperbanyak dalam bentuk apapun tanpa izin  
tertulis dari penulis/Penerbit

Penulis Naskah :

**Dr. Eva Marlina Ginting ,M.Si**

Desain Sampul :  
Drs. Gamal Kartono, M.Si

Penerbit  
UNIMED PRESS  
Gedung Lembaga Penelitian Lantai 1  
Jl. Willem Iskandar Psr V, Medan  
Contact person : Ramadhan 081265742097  
[www.unimed.ac.id](http://www.unimed.ac.id)

Cetakan Pertama : Agustus 2016  
vi, 58 halaman; 16 x 22 cm  
ISBN : 978-602-431--005-9

Diterbitkan :

Penerbit Unimed Press. Universitas Negeri Medan,  
Jl. Willem Iskandar Pasar V  
Medan Estate 20222  
Email: [unimedpress13@gmail.com](mailto:unimedpress13@gmail.com)

## KATA PENGANTAR

Puji Sukur Penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya sehingga penulis telah dapat menyelesaikan buku monograf dengan judul

**Pengolahan Abu Sekam Padi Dengan Surfaktan Polietilen Glikol Menjadi Nano Partikel.**

Buku monograf ini merupakan hasil penelitian penulis pada hibah penelitian Fundamenal 2016. Buku sangat penting untuk menambah informasi data penelitian bagi mahasiswa ,Dosen dan peneliti untuk mendalami penelitian dalam bidang fisika polimer .

Buku ini diharapkan menjadi salah satu rujukan yang berguna bagi mahasiswa dan dosen serta peneliti . Buku ini dirangkum dari hasil penelitian .

Buku ini masih jauh dari yang diharapkan, baik pengetikan, penataan dan sebagainya. Oleh karena itu, penyusun dengan senang hati bila ada saran-saran dan kritik-kritik yang konstruktif untuk perbaikan dan penyempurnaan dalam penyusunan berikutnya.

Mudah-mudahan Buku ini dapat bermanfaat bagi para mahasiswa, Dosen dan peneliti .

Medan, Agustus 2016  
Dr. Eva Marlina Ginting, M.Si

## DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR .....	i
DAFTAR Isi .....	ii
Daftar Tabel .....	iv
Daftar Gambar .....	v
<b>BAB 1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang Masalah .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	13
<b>BAB 2 . METODE PENELITIAN .....</b>	<b>14</b>
2.1 Bahan bahan Penelitian .....	14
2.2. Prosedur Penelitian .....	17
<b>BAB 3. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>30</b>
3.1 Karakterisasi XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	30
3.2 Hasil Pengujian SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	41
3.3 Karakterisasi XRF ( <i>X-Ray Fluorescence</i> ) .....	44
<b>BAB 4. KESIMPULAN .....</b>	<b>49</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>50</b>

## DAFTAR TABEL

Nomor	Judul	Halaman
Tabel 3.1	Ukuran Partikel Pada Masing-Masing Sampel	38
Tabel 3.2	Hasil XRF Abu Sekam Padi Tanpa PEG-6000	45
Tabel 3.3	Hasil XRF Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3)	46
Tabel 3.4	Hasil XRF Abu Sekam Padi Dengan PEG-6000 (1:4)	47
Tabel 3.5	Hasil XRF Abu Sekam Padi Dengan PEG-6000 (1:5)	48

## DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul	Halaman
Gambar 2.1	Prose Ballmill Abu Sekam Padi .....	17
Gambar 2.2	Abu Sekam Padi Diayak dengan Ukuran 200 Mesh.....	18
Gambar 2.3	Abu Sekam Padi Ukuran 200 Mesh.....	18
Gambar 2.4	Campuran Abu Sekam Padi dengan HCl 2 M.....	19
Gambar 2.5	Penyaringan Abu Sekam Padi dengan Kertas Saring .....	19
Gambar 2.6	NaOH Dimasukkan ke dalam Larutan Abu Sekam Padi.....	20
Gambar 2.7	Penyaringan dengan Aquades.....	21
Gambar 2.8	Abu Sekam Padi dikeringkan dalam Oven .....	22
Gambar 2.9	Sampel Abu Sekam Padi Tanpa PEG-6000 .....	22
Gambar 2.10	Serbuk partikel nano $Fe_3O_4$ dikeringkan dalam oven .....	23
Gambar 2.11	PEG-6000 dalam Proses Pelelehan .....	24
Gambar 2.12	Penambahan Abu Sekam Padi ke dalam Larutan PEG-6000 .....	25
Gambar 2.13	NaOH dimasukkan kedalam dalam Larutan Abu Sekam Padi yang Telah bercampur dengan PEG 6000 ...	26

Gambar 2.14 Penyaringan dengan Aquades.....	27
Gambar 2.15 Pengeringan Dalam Oven.....	27
Gambar 2.16 Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3).....	28
Gambar 2.17 Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:4).....	29
Gambar 2.18 Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:5) .....	29
Gambar 3.1 Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi Tanpa PEG- 6000.....	31
Gambar 3.2 Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3) .....	33
Gambar 3.3 Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG- 6000 (1:4).....	34
Gambar 3.4 Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:5).....	35
Gambar 3.5. Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi Tanpa PEG dan dengan PEG .....	40
Gambar 3.6 Morfologi Abu Sekam Padi tanpa PEG-6000.....	41
Gambar 3.7 Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-60001:3 .....	42
Gambar 3.8 Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 1:4.....	42
Gambar 3.9 Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 1:5.....	43



THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY

# BAB 1.

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sekam padi merupakan produk samping yang melimpah dari hasil penggilingan padi, dan selama ini hanya digunakan sebagai bahan bakar untuk pembakaran batu bata merah, pembakaran untuk memasak atau dibuang begitu saja. Penanganan sekam padi yang kurang tepat akan menimbulkan pencemaran terhadap lingkungan. Limbah sering diartikan sebagai bahan buangan/bahan sisa dari proses pengolahan hasil pertanian. Proses penghancuran limbah secara alami berlangsung lambat, sehingga limbah tidak saja mengganggu lingkungan sekitarnya tetapi juga mengganggu kesehatan manusia. Pada setiap penggilingan padi

akan selalu kita lihat tumpukan bahkan gunung sekam yang semakin lama semakin tinggi. Saat ini pemanfaatan sekam padi tersebut masih sangat sedikit, sehingga sekam tetap menjadi bahan limbah yang mengganggu lingkungan.

Sekam padi merupakan limbah padi yang keberadaannya sangat melimpah di Indonesia namun pemanfaatannya masih terbatas secara tradisional. Sekam padi saat ini telah dikembangkan sebagai bahan baku untuk menghasilkan abu sekam padi yang dikenal di dunia sebagai RHA (*Rice Husk Ash*). RHA merupakan salah satu bahan baku untuk menghasilkan silika. Nano silika saat ini telah diaplikasikan dalam berbagai macam bidang diantaranya bidang sains dan industri. Bahan abu sekam padi telah banyak digunakan sebagai bahan

pengisi . Silika telah dimanfaatkan secara luas sebagai katalis, dan berbagai jenis bahan komposit organik-anorganik (Sun .L et al, 2001). Selain dalam bentuk produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, sebagai fase diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (*filler*) polimer dan sebagai *adsorben* (Kamath dan Proctor, 1998; Sun L ,et al , 2001; ).

Telah banyak dilakukan penelitian tentang pembuatan nano silika dari abu sekam padi dengan cara sintesis antara lain, ( Thuadaij.N. et al , 2008), ukuran partikelnya diperoleh 50 nm ,(Supakorn Pukird , et al ,2009) ,ukuran partikel yang diperoleh 40 - 200 nm , demikian juga

(Ezzat Rafiee ,et al ,2012) hasil yang diperoleh rata rata 6 nm

Bahan alam ini secara umum memiliki sifat *hidrofil*, maka material tersebut secara umum tidak kompatibel dengan sebagian besar bahan polimer, oleh karena itu secara kimiawi harus dimodifikasi untuk membuat permukaannya yang lebih *hidrofobis* ,untuk itu diperlukan suatu bahan yang kompatibel dengan matrik polimer ,(Sinto Jacob,*et al* ,2010).

Bahan pengisi yang berukuran nano, yang lebih dikenal dengan nano *filler* dapat diaplikasikan ke dalam material polimer yang menghasilkan material nano komposit dengan peningkatan beberapa sifat dasar polimer, seperti sifat ketahanan termal ,sifat mekanik, ketahanan terhadap bahan kimia dan sifat bakar

(*flammability*). Pembuatan komposit polimer dilakukan dengan memadukan dua material yang berbeda sehingga dapat meningkatkan sifat mekanik dari material. Rekayasa material dapat dilakukan dalam ukuran skala nano, dari beberapa penelitian menyebutkan bahwa pembuatan komposit dengan bahan pengisi berukuran nano dapat meningkatkan sifat fisik maupun kimia dari material.

Bahan pengisi yang sering ditambahkan ke dalam polimer adalah bahan yang mampu menyatu secara homogen ke dalam matriks. Sehubungan dengan sifat homogen di atas, polimer yang berasal dari bahan organik dengan pengisi yang berasal dari bahan anorganik tidak menyatu secara homogen hal ini disebabkan oleh

perbedaan energi permukaan dari kedua bahan tersebut.

Dari beberapa hasil penelitian menyimpulkan bahwa sifat suatu bahan pengisi akan kompatibel dengan matriks polimer, dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain, ukuran partikel suatu bahan pengisi, dimana ukuran partikel suatu bahan pengisi yang kecil dapat meningkatkan derajat penguatan polimer dibandingkan dengan ukuran yang lebih besar, (Leblance, J, 2002), demikian juga semakin kecil ukuran partikel semakin tinggi ikatan antara bahan pengisi dengan matriks polimer, (Khol J, et al, 2002), jumlah luas permukaan dapat ditingkatkan dengan adanya permukaan yang berpori pada permukaan bahan pengisi demikian juga halnya dengan penambahan nano dapat

meningkatkan sifat mekanik nano dan termal komposit, (Bukit ,2012), demikian juga halnya dengan menambah filler nano bentonit pada HDPE ( Bukit , et al ,2013). Nano  $\text{CaCO}_3$  dengan HDPE , (Zebarjad, S. M,et,al. 2006) , nano karbon dengan HDPE ,(Fouad, H., et al ,2011).

Penggunaan abu sekam padi pada komposit dapat memberikan beberapa keuntungan seperti meningkatkan kekuatan dan ketahanan, mengurangi biaya bahan, mengurangi dampak lingkungan limbah bahan, dan mengurangi emisi  $\text{CO}_2$ . Dengan mengolah abu sekam padi dalam ukuran nano diharapkan dapat menjadi sebagai bahan pengisi pada nano komposit termoplastik, sehingga memiliki sifat mekanik yang baik ,beberapa penelitian pembuatan nano secara ball mill telah dilakukan antara lain, ( Bukit.N, et al

,2012,2013 ) , (Nikmatin .S ,2013) (Toni .B ,et al,2013).

Penggunaan lapisan silika pada komposit dapat meningkatkan sifat-sifat material (perubahan kapasitas kationik, luas permukaan yang tinggi ,aspek perbandingan yang besar) ,(Tjong,2006), (Utracki,2007), secara esensial dapat meningkatkan sifat fisik dan mekanik ,antara lain kekuatan tarik, modulus tarik , kekuatan lentur, stabilitas panas , sifat termal , untuk beberapa bahan termoplastik dan termoset nanokomposit pada jumlah bahan pengisi silika yang tidak terlalu banyak ,( Koo, et al,2002; Wu ,et al , 2007; Lei, et al, 2007 ; Kord,et al, 2010; Samal,et,al 2008).

Dari hasil penelitian sebelumnya telah dilaporkan bahwa sekitar 20 % dari berat padi

adalah sekam padi, dan bervariasi dari 13 sampai 29 % dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar .

Sekam padi saat ini telah dikembangkan sebagai bahan baku untuk menghasilkan abu yang dikenal di dunia sebagai RHA (*Rice Husk Ash* ). RHA merupakan salah satu bahan baku silika yang paling kaya mengandung sekitar 90 -98% silika setelah pembakaran sempurna (Thuadaij,N et,al ,2008).

Nilai paling umum kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) dalam abu sekam padi adalah 94 - 96 % dan apabila nilainya mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah ( Prasad.CS, et al., 2001). Abu sekam padi apabila dibakar secara terkontrol

pada suhu tinggi (500 - 600 °C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia.

Sekam dengan persentase yang tinggi tersebut dapat menimbulkan problem lingkungan. Oleh karena itu dewasa ini abu sekam padi banyak digunakan sebagai tambahan pada material konstruksi. Sekam padi merupakan bahan berlignosellulosa seperti biomassa lainnya namun mengandung silika yang tinggi. Silika amorf terbentuk ketika silikon teroksidasi secara termal. Biasanya silika amorf memiliki kerapatan  $2.21 \text{ gr/cm}^3$  (Harsono, 2002). Silika sekam padi dalam bentuk kristalin (*quartz* dan *opal*) dan amorf terkonsentrasi pada bagian permukaan luar dan sedikit pada bagian dalam sekam .

Sekam padi merupakan bahan berlignosellulosa seperti biomassa lainnya namun mengandung silika yang tinggi. Silika abu sekam padi dalam bentuk kristalin (quartz dan opal) dan amorf terkonsentrasi pada permukaan luar dan sedikit dipermukaan dalam (Bakri ,et al, 2009). Kandungan kimia sekam padi terdiri atas 50 % sellulosa, 25-30 % lignin, dan 15-20 % silika (Ismail.MS,et al,1996). Porositas sekam padi yang sangat tinggi menyebabkan sekam padi dapat menyerap air dalam jumlah banyak, (Kaboosi.K, 2007).

Kandungan silika pada abu sekam padi berkisar antara 92 - 95 %, sangat berpori dan ringan, dan memiliki luas permukaan yang sangat besar (Muthadhi .A,et al. 2007)

Hasil penelitian (Thuadaj. N et,al,2008) menjelaskan partikel-partikel silika yang diperoleh dari abu sekam padi dengan yang dilarutkan NaOH 2N, 2.5N, 3.0N menghasilkan luas permukaan berturut-turut (187, 656, 184) m<sup>2</sup>/g. (Hamid.TFZ,2008) menyebutkan modifikasi kimia pada serat-serat alami bertujuan untuk menghilangkan lignin yang dikandung oleh suatu bahan seperti pectin, senyawa-senyawa waxy, dan minyak-minyak alami berada pada permukaan dinding sel serat tersebut. Adapun bahan kimia yang paling banyak digunakan untuk membersihkan permukaan pada serat tersebut yaitu NaOH.



## 1.2 .Rumusan Masalah Penelitian

Objektifitas dari penelitian ini adalah pembuatan nano partikel abu sekam padi dengan proses perendaman pada larutan NaOH dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan proses kopresipitasi dengan surfaktan PEG 6000 Adapun ruang lingkup penelitian yang akan dilakukan adalah :

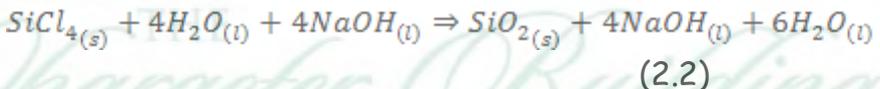
Untuk membuat nano partikel abu sekam padi dengan proses pencampuran dengan larutan 2,5M NaOH dan H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> dilarutkan di sintesis dengan PEG 6000 sehingga diperoleh partikel dalam ukuran nano meter . Nano partikel yang dihasilkan di karakterisasi dengan analisis morfologi dengan Scaning Elektron Microscope (SEM) , analisis komposisi dengan X Ray Florensensi (XRF) , analisis struktur dengan X Ray Difraction (XRD)

## BAB 2 METODE PENELITIAN

Metode kopresipitasi digunakan karena menggunakan peralatan sederhana dan dapat dilakukan dalam waktu relatif singkat. Abu sekam padi yang memiliki fasa  $\text{SiO}_2$  ditimbang sebanyak 20 gr dan dilarutkan dengan HCl 2M sebanyak 40 ml dan menghasilkan reaksi:



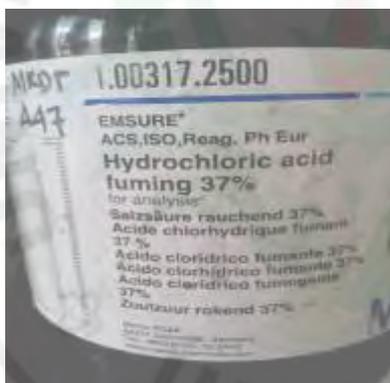
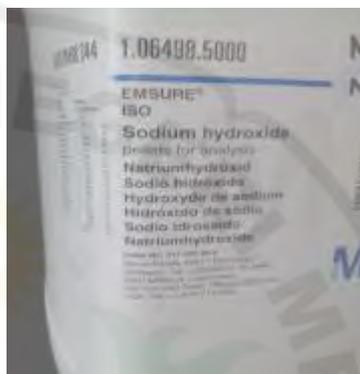
Hasil reaksi dipisahkan melalui proses penyaringan. Kemudian hasil endapan dilarutkan dengan NaOH 2,5M 30 ml dengan reaksi sebagai berikut:



## 2.1 .Bahan Penelitian

No	Nama Bahan	Spesifikasi
1.	Abu Sekam padi( dari hasil pembakaran pada kilang padi)	Warna putih
2.	HCl	2 M . Merck KGaA 64271 Darmstadt Germany
3.	NaOH	2,5 M .Merck KGaA 64271 Darmstadt Germany
4.	PEG	6000
5.	Aquades	-

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



## 2.2. Prosedur Penelitian

Langkah- langkah penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Abu sekam padi dalam bentuk serbuk di ball mil dengan PM 200 selama 1 jam pada kecepatan 250 rpm. kemudian diayak menggunakan ayakan 200 mesh.



**Gambar 2.1.** Proses Ballmill Abu Sekam Padi



**Gambar 2.2.** Abu Sekam Padi Diayak dengan Ukuran 200 Mesh



**Gambar 2.3.** Abu Sekam Padi Ukuran 200 Mesh

2. Abu sekam padi yang berukuran  $7 \mu\text{m}$  (200 mesh) dilarutkan dalam HCl 2M sebanyak 40 ml kemudian diaduk selama 40 menit dengan suhu  $70^{\circ}\text{C}$  menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah larutan terbentuk dilakukan penyaringan dengan kertas saring.



**Gambar 2.4.** Campuran Abu Sekam Padi dengan HCl 2 M



**Gambar 2.5.** Penyaringan Abu Sekam Padi dengan Kertas Saring

3. Selanjutnya dilarutkan menggunakan NaOH 2,5 M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*.



**Gambar 2.6.** NaOH Dimasukkan ke dalam Larutan Abu Sekam Padi

4. Campuran abu sekam padi dengan larutan NaOH dipisahkan dengan kertas saring kemudian dicuci dengan aquades dan disaring kembali untuk memisahkan aquades dengan abu sekam padi.

Cara pencuciannya adalah

1. Menempatkan hasil reaksi pada gelas ukuran besar
2. Kemudian diberi aquades sebanyak yang bisa ditampung gelas itu.



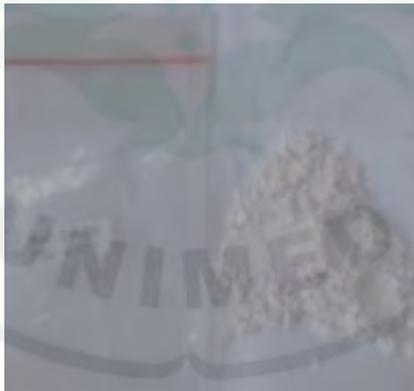
**Gambar 2.7.** Penyaringan dengan Aquades

5. Kemudian dikeringkan pada oven dengan suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam.

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



**Gambar 2.8.** Abu Sekam Padi dikeringkan dalam Oven



**Gambar 2.9.** Sampel Abu Sekam Padi Tanpa PEG

### Penambahan PEG-6000

1. Setelah abu sekam padi 10 gram dilarutkan dalam HCL 2 M dan disaring menggunakan kertas saring.



**Gambar 2.10.** Abu Sekam Padi ditambah HCl dan Proses Penyaringan

2. Kemudian PEG-6000 yang berbentuk padatan dipanaskan dan dilelehkan dengan suhu  $50^{\circ}\text{C}$  selama 15 menit.



**Gambar 2.11.** PEG-6000 dalam Proses Pelelehan

3. PEG-6000 yang sudah mencair ditambahkan ke dalam larutan dengan perbandingan 1:3 kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 40 menit.

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



**Gambar 2.12.** Penambahan Abu Sekam Padi ke dalam Larutan PEG-6000

4. Kemudian NaOH 2,5 M ditambahkan ke dalam campuran PEG-6000 dengan larutan abu sekam padi sambil diaduk menggunakan magnetik stirer.

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



**Gambar 2.13.** NaOH dimasukkan kedalam dalam Larutan Abu Sekam Padi yang telah bercampur dengan PEG 6000

5. Selanjutnya larutan tersebut dipisahkan dengan kertas saring dan dicuci dengan menggunakan aquades dan disaring kembali untuk memisahkan abu sekam padi dengan aquades.



**Gambar 2.14.** Penyaringan dengan Aquades

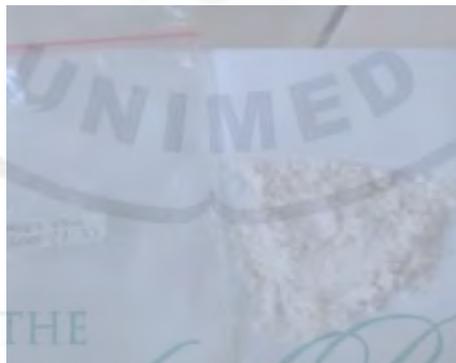
6. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam.



**Gambar 2.15.** Pengeringan Dalam Oven

Kemudian hasil yang diperoleh dilakukan karakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction), XRF (X-Ray Fluorescence) dan SEM (Scanning Electron Microscopy). untuk variasi perbandingan 1:3 1:4 dan 1:5 dan Tanpa PEG dilakukan dengan cara yang sama.

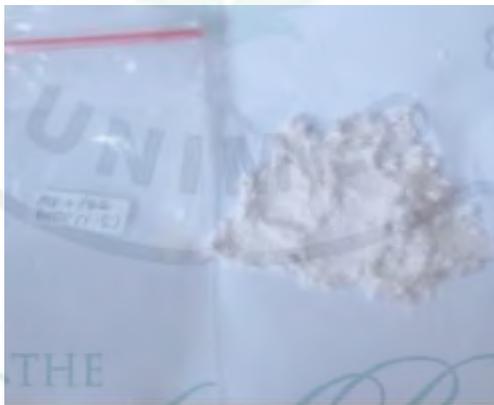
Adapun hasil dari sampel yang telah disintesis dengan PEG 6000 yakni seperti yang ditampilkan gambar 2.16 sampai 2.18:



**Gambar 2.16.** Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3)



**Gambar 2.17.** Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:4)



**Gambar 2.18.** Serbuk Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:5)

## BAB. 3

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penambahan PEG-6000 dilakukan dengan perbandingan volume larutan sebesar 1:3, 1:4, 1:5. Sebelum penambahan PEG-6000 yang berupa padatan terlebih dahulu dilelehkan pada suhu  $45^{\circ}\text{C}$  hingga mencair seluruhnya. Penambahan PEG-6000 dilakukan sebelum penambahan larutan NaOH sehingga proses pengendapan partikel nano  $\text{SiO}_2$  terjadi dalam pengaruh penambahan PEG-6000, pengadukan dilakukan menggunakan magnetic *stirrer* selama 40 menit pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$ .

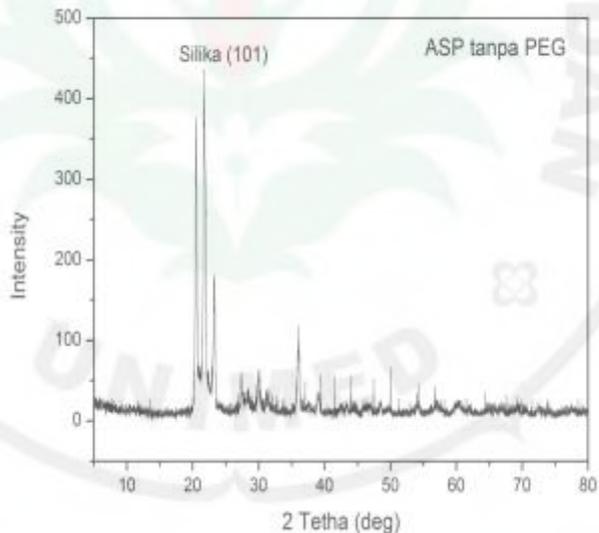
#### 3.1. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi, struktur kristalin dan ukuran partikel dari partikel nano abu sekam padi. XRD yang dipergunakan adalah merek Shimadzu

Tipe 6100 dengan panjang gelombang Cu-Ka1 = 1,540560 Å = 0,154056 nm.

### Pengujian XRD Abu Sekam Padi Tanpa PEG-6000

Hasil pola difraksi sinar-X fasa abu sekam padi tanpa PEG-6000 adalah sebagai berikut :

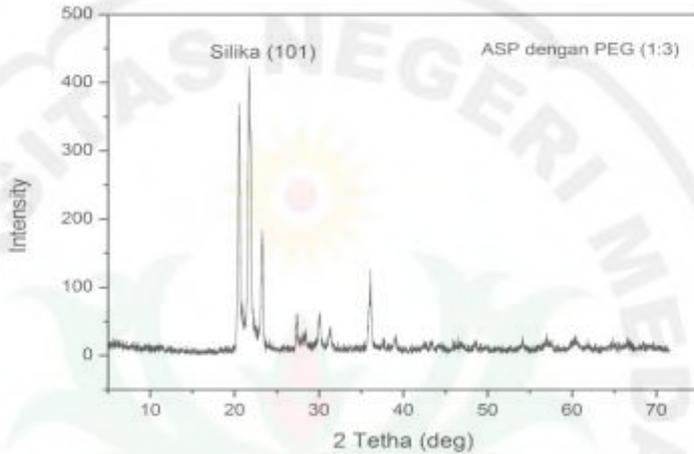


**Gambar 3.1.** Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi Tanpa PEG-6000

Pada gambar diatas dapat dilihat adanya puncak-puncak tertinggi yaitu pada  $2\theta$  : 21,529°; 21,736°; 23,291°; 27,368°; 30,06°; 36,103°. Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 21,736^\circ$  dengan jarak 4,0854 Å. Hasil pola difraksi sinar-X abu sekam padi tanpa PEG-6000 memiliki fase Kristobalit (SiO<sub>2</sub>) dengan  $d_{hkl}$  (101) sesuai dengan penelitian (Ginting, 2015) dengan parameter kisi  $a = b \neq c$  dengan nilai  $a = b = 4,9790\text{Å}$  dan  $c = 6,9500\text{Å}$  sistem kristal tetragonal dan memiliki massa jenis 2,31400 g/cm<sup>3</sup>.

### **Pengujian XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000**

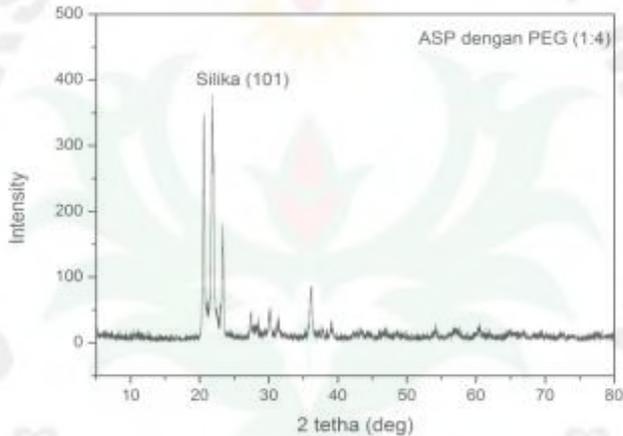
Hasil pola difraksi sinar-X fasa abu sekam padi dengan PEG-6000 adalah sebagai berikut :



**Gambar 3.2.** Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3)

Pada gambar diatas dapat dilihat adanya puncak-puncak tertinggi yaitu pada  $2\theta$  :  $20,530^\circ$ ;  $21,729^\circ$ ;  $23,282^\circ$ ;  $27,392^\circ$ ;  $30,076^\circ$ ;  $36,100^\circ$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 21,729^\circ$  dengan jarak  $4,0867 \text{ \AA}$ . Hasil pola difraksi sinar-X abu sekam padi dengan PEG-6000 (1:3) memiliki fase kristobalit ( $\text{SiO}_2$ ) dengan parameter kisi  $a = b \neq c$  dengan nilai

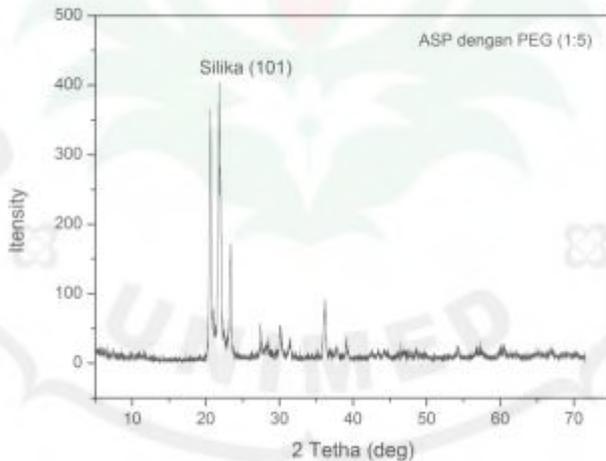
$a = b = 4,9930 \text{ \AA}$   $c = 7,0050 \text{ \AA}$  sistem kristal tetragonal dan memiliki massa jenis  $2,28500 \text{ g/cm}^3$ .



**Gambar 3.3.** Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:4)

Pada gambar diatas dapat dilihat adanya puncak-puncak tertinggi yaitu pada  $2\theta$  :  $20,593^\circ$ ;  $21,799^\circ$ ;  $23,352^\circ$ ;  $27,443^\circ$ ;  $30,153^\circ$ ;  $31,327^\circ$ ;  $36,100^\circ$   $39,064^\circ$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 21,799^\circ$  dengan jarak  $4,0737 \text{ \AA}$ . Hasil

pola difraksi sinar-X abu sekam padi dengan PEG-6000 (1:4) memiliki fase kristobalit ( $\text{SiO}_2$ ) dengan parameter kisi  $a = b \neq c$  dengan nilai  $a = b = 4,9790 \text{ \AA}$   $c = 6,9500 \text{ \AA}$  sistem kristal tetragonal dan memiliki massa jenis  $2,31400 \text{ g/cm}^3$ .



**Gambar 3.4.** Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:5)

Pada gambar diatas dapat dilihat adanya puncak-puncak tertinggi yaitu pada  $2\theta$  :  $20,633^\circ$ ;  $21,807^\circ$ ;  $23,363^\circ$ ;  $27,459^\circ$ ;  $30,138^\circ$ ;  $31,424^\circ$ ;  $36,181^\circ$   $39,101^\circ$ . Puncak maksimum terdapat pada sudut  $2\theta = 21,807^\circ$  dengan jarak  $4,0724 \text{ \AA}$ . Hasil pola difraksi sinar-X abu sekam padi dengan PEG-6000 (1:5) memiliki fase kristobalit ( $\text{SiO}_2$ ) dengan parameter kisi  $a = b \neq c$  dengan nilai  $a = b = 4,9719 \text{ \AA}$   $c = 6,9223 \text{ \AA}$  sistem kristal tetragonal dan memiliki massa jenis  $2,3300 \text{ g/cm}^3$ . Dari hasil pola XRD abu sekam padi dengan PEG-6000 (1:3, 1:4, 1:5) memiliki fasa kristobalit ( $\text{SiO}_2$ ) dengan  $d_{hkl}$  (101) sesuai dengan penelitian (Ginting.EM, et al,2015).

Untuk menentukan ukuran partikel masing-masing sampel dapat ditentukan dengan

menggunakan persamaan *Deby scherrer*. Adapun persamaan *scherrer* adalah sebagai berikut :

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

Dimana:

$K$  = Tetapan mesin ( $k = 0,91$ ),

$\lambda$  = Panjang gelombang tabung Cu  $K_{\alpha}$   
1,54060 Å,

$\beta$  = FWHM (*full width a half maximum*).

Dari persamaan diperoleh perbandingan ukuran partikel abu sekam padi yang dapat dilihat dengan memperhatikan Tabel 3.1 dan perhitungan menggunakan persamaan (3.1)

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY

Tabel. 3.1. Ukuran Partikel Pada Masing-Masing Sampel

Sampel	Ukuran Partikel (nm)
Abu Sekam Padi tanpa PEG-6000	50,77
Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3)	52,22
Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:4)	47,84
Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:5)	54,54

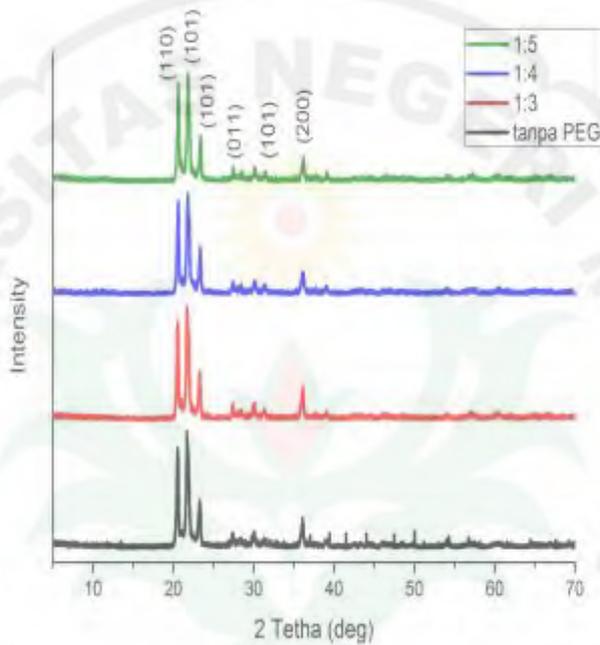
Berdasarkan Tabel 3.1 diatas abu sekam padi tanpa PEG-6000 memiliki ukuran partikel 50,77 nm, abu sekam padi dengan PEG-6000 (1:3, 1:4, 1:5) masing-masing memiliki ukuran 52,22 nm, 47,84 nm dan 54,54 nm. Tujuan penambahan PEG-6000 adalah untuk memperkecil ukuran partikel. Terbukti pada penambahan PEG-6000 pada perbandingan 1:4 memiliki ukuran yang lebih kecil dibanding abu sekam padi tanpa PEG.

Karakterisasi nanopartikel abu sekam padi dengan menggunakan XRD bertujuan untuk

mengetahui ukuran partikel, fasa dan struktur kristal yang terdapat pada abu sekam padi.

Dari Gambar 3.5 di atas hasil analisis XRD sampel abu sekam padi menunjukkan bahwa pada puncak maksimum abu sekam padi terdapat fasa  $\text{SiO}_2$  (kristobalit) dengan  $d_{hkl}$  (101) . setelah diolah dengan *match* hasil analisa abu sekam padi memiliki struktur kristal Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yaitu. Pada  $d_{hkl}$  (110) menunjukkan fasa tridimit sesuai dengan penelitian dan  $d_{hkl}$  (011) merupakan fasa kuarsa (Ginting.E.M, et al, 2015; Gorji,et al, 2012; Supakorn Pukird, et al, 2009).



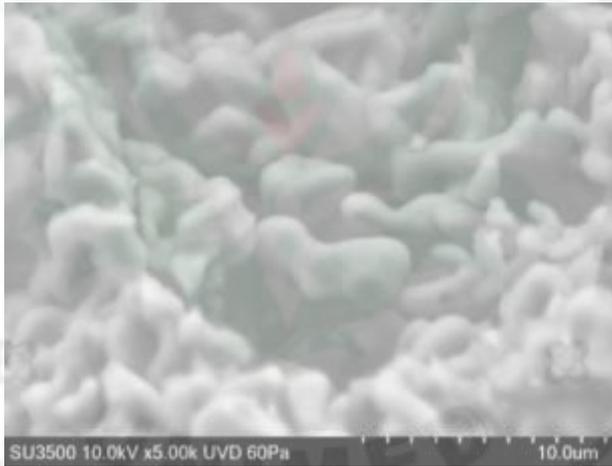


**Gambar 3.5.** Pola Hasil XRD Abu Sekam Padi Tanpa PEG dan dengan PEG

THE  
*Character Building*  
 UNIVERSITY

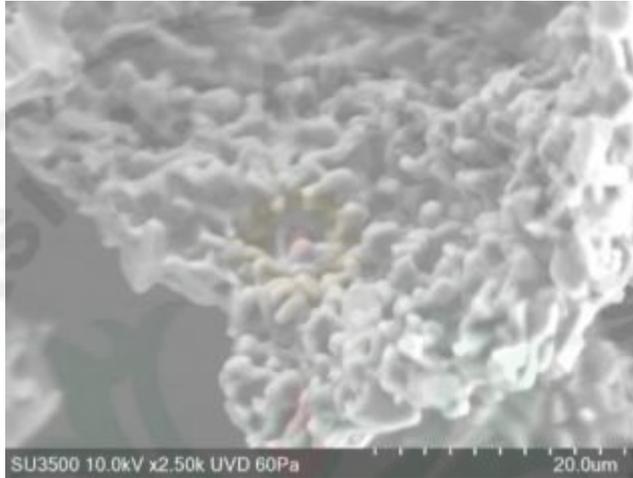
### 3.2. Hasil Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Analisa morfologi permukaan dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* jenis HORIBA SU 3500.

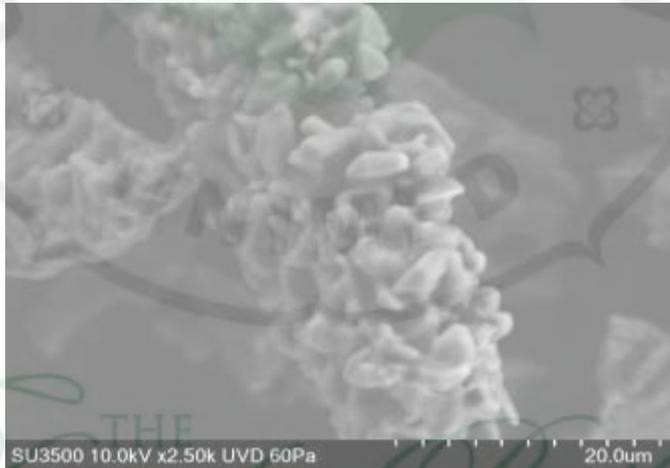


**Gambar 3.6.** Morfologi Abu Sekam Padi tanpa PEG-6000

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY



**Gambar 3.7.** Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 1:3



**Gambar 3.8.** Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 1:4



**Gambar 3.9.** Morfologi Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 1:5

Hasil karakterisasi sampel menggunakan SEM yang disajikan dalam bentuk gambar di atas yaitu morfologi sampel abu sekam padi tanpa PEG-6000 terlihat bahwa struktur permukaan yang lebih teratur dan membentuk partikel-partikel kecil yang berbentuk lonjong. Sebagian besar dari partikel-partikel kecil tersebut membentuk partikel yang besar atau

beraglomerasi satu sama lain sehingga partikel abu sekam padi tersebut tidak terlihat jelas. Sama halnya dengan hasil SEM sampel abu sekam padi dengan PEG-6000 1:3, 1:4, dan 1:5.

### 3.3. Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*).

Telah dilakukan karakterisasi abu sekam padi dengan menggunakan XRF tipe *Elvax ProSpector spectrometer* untuk menentukan kandungan Si yang terdapat dalam abu sekam padi serta unsur-unsur pengotor lainnya. Dari hasil karakterisasi menggunakan XRF diperoleh data-data unsur kimia pada abu sekam padi seperti Tabel 3.2:

**Tabel 3.2.** Hasil XRF Abu Sekam Padi  
Tanpa PEG-6000

<b>NO</b>	<b>Unsur</b>	<b>Kandungan unsur (%)</b>
1.	Si	99,41
2.	K	0,34
3.	Cl	0,1
4.	Ca	0,04
5.	Mn	0,028
6.	Fe	0,0137
7.	Zn	0,0053
8.	Ni	0,0041
9.	Cd	0,001
10.	Rb	0,0013
11.	Sr	0,0005
12.	Br	0,0005
13.	Se	0,0004
14.	Mo	0,0003

**Tabel 3.3.** Hasil XRF Abu Sekam Padi dengan PEG-6000 (1:3)

NO	Unsur	Kandungan unsur (%)
1.	Si	99,40
2.	K	0,48
3.	Ca	0,055
4.	Mn	0,032
5.	Fe	0,012
6.	Zn	0,0061
7.	Rb	0,0039
8.	Sn	0,0040
9.	Ni	0,0028
10.	Ag	0,0018
11.	Pb	0,0004
12.	Br	0,0003
13.	Zr	0,0002
14.	Sr	0,0002

**Tabel 3.4.** Hasil XRF Abu Sekam Padi Dengan PEG-6000 (1:4)

NO	Unsur	Kandungan unsur (%)
1.	Si	99,30
2.	K	0,51
3.	Ca	0,072
4.	Mn	0,038
5.	Fe	0,0168
6.	Zn	0,0063
7.	Sn	0,0040
8.	Rb	0,0039
9.	Ni	0,0028
10.	Cd	0,0008
11.	Sr	0,0005
12.	Br	0,0003
13.	Se	0,0003
14.	Cu	0,0002

**Tabel 3.5.** Hasil XRF Abu Sekam Padi  
Dengan PEG-6000 (1:5)

NO	Unsur	Kandungan unsur (%)
1.	Si	99,29
2.	Cl	0,3
3.	K	0,27
4.	Ca	0,074
5.	Mn	0,024
6.	Fe	0,016
7.	Sb	0,0011
8.	Zn	0,005
9.	Ni	0,0043
10.	Cd	0,001
11.	Sr	0,0008
12.	Ag	0,0008
13.	Zr	0,0006
14.	Se	0,0003

Hasil XRF sampel diperoleh bahwa unsur kimia yang lebih dominan terkandung dalam sampel abu sekam padi adalah unsur Si sebanyak 99% dan 1% lainnya adalah unsur Cl, K, Ca dan unsur-unsur pengotor lainnya

## BAB 4 KESIMPULAN

Diameter kristalit nano partikel abu sekam padi (ASP) tanpa menggunakan PEG 6000 dengan perbandingan 1:3,1:4 dan 1:5 , dari hasil XRD diperoleh ukuran kristal sebesar 52,22 nm, 47,84 nm and 54,54 nm dengan sistim kristal tetragonal  $\text{SiO}_2$  ,dengan  $d_{hkl}$  (101) dan dari hasil XRF diperoleh kandungan Si rata rata sebesar 99,3 % berat. Pengaruh penambahan PEG-6000 terhadap ukuran partikel abu sekam padi lebih optimal terjadi pada penambahan PEG-6000 dengan perbandingan (1:4) memiliki ukuran partikel lebih kecil dibanding perbandingan (1:3) dan (1:5). Dari hasil SEM terlihat distribusi abu sekam padi merata dan homogen .

## Daftar Pustaka

Bukit, Nurdin., (2012) Mechanical And Thermal Properties Of Polypropylene Reinforced By Calcined And Uncalcined Zeolite Makara, Technology, Vol. 16, No. 2, November 2012: 121-128

Bukit, N., Frida, E, and Harahap.M.H, (2013) Preparation Natural Bentonite In Nano Particle Material As Filler Nanocomposite High Density Poliethylene (HDPE) Journal of Chemistry and Material Research.3.13, 10-20

Bakri dan Baharuddin. 2009. Absorpsi Air Komposit Beton Sekam Padi dengan Penambahan Pozzolan Abu Sekam Padi dan Kapur pada Matriks Beton. Jurnal Perennial, 6(2) : 70-78

Ezzat Rafiee, Shabnam Shahebrahimi, Mostafa Feyzi and Mahdi Shaterzadeh,(2012) , Optimization of synthesis and

characterization of nanosilica produced from rice husk (a common waste material .  
International Nano Letters , 2 :29

Fouad, H., Elleithy, R., Al-Zahrani, S. M., Ali, M. A., (2011). Characterization and processing of High Density Polyethylene/carbon nano-composites, *Materials and Design*, 32: 1974-1980

Ginting, E.M., Bukit, N., dan Siregar, M.A., (2015), Preparation and Characterization of Natural Zeolite and Rice Husk Ash as Filler Material HDPE Thermoplastic, *Chemistry and Materials Research*, , Vol.7 No.2

Gorji, B., Ghasri, M.R.A., Fazaeli, R., dan Niksirat, N., (2012), Synthesis and Characterizations of Silica Nanoparticles by a New Sol-Gel Method, *Journal of Applied Chemical Research*, 6, 3, 22-26(2012)

Jauberthie, R., Rendell, F. Tamba, S. and Cisse', I. K. 2000. Origin of the Pozzolan Effect

of Rice Husks. *Construction and Building Materials*. 14: 419 - 423.

Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal ILMU DASAR*. 3 (2): 98 -103.

Hamid, T.F.Z., (2008), Pengaruh Modifikasi Kimia Terhadap Sifat-Sifat Komposit Polietilena Densitas Rendah (LDPE) Terisi Tempurung Kelapa, Tesis, USU, Medan.

Ismail, M. S. and Waliuddin, A. M. 1996. Effect of Rice Husk Ash on High Strength Concrete. *Construction and Building Materials*. 10 (1): 521 - 526

Ismail,H,Salmah, Nasir M.(2003), "The Effect of Dynamic Vulcanization on mechanical Properties and Water Amsorbsi of Silika and Rubber wood Filled polypropylene/Natural Rubber Hybrid Composites" , *Inter,J.Polym, Mater*.53(3) : 229-238

Jayathu, Z.E., Natanael, C.L., dan Hendrana, S., (2006), Analisis Fourier Transform Infrared (FT-IR) Fraksionasi Polietilen-Graft-Maleat Anhidrida (PE-g-MAH), Majalah Polimer Indonesia Vol 9, No.2, hal 54-58

Kamath, S.R., Proctor, A., (1998). Silica gel from rice hull ash: preparation and characterization. *Cereal Chemistry* 75, 484-487.

Kohls, J.L., and Beaucage, (2002), Rational Design of Reinforced Rubber, *Current Opinion in Solid State and Material Science* 6:183-194.

Kaboosi, K. 2007. The Feasibility of Rice Husk Application as an Envelope Material in Subsurface Drainage System. Islamic Azad University, Science and Research Branch. Tehran, Iran.

Kord B, (2011), Nano Filler Reinforcement effect on the Thermal, Dynamic Mechanical, and Morphological Behavior of HDPE /Rice

Husk Flour Composites. bio resources  
6,2,1351-1358

Karian, H.G. (1999). "Handbook of Polipropilena  
and Polipropilena Composites", nd2. New  
York, Marcel Dekker,

Liu, H., Wu, Q., Han, G., Yao, F., Kojima, Y., dan  
Suzuki, S., (2008), Compatibilizing and  
toughening bamboo flour-filled HDPE  
composites: Mechanical properties and  
morphologies, Elsevier Composites: Part A  
39: 1891-1900

Leblance, J.R. (2002). Rubber-filler Interaction  
and Rheology properties in Filled  
Coumpaund, Prog .Polym . Sci 27:627-  
687

Lei, Y., Wu, Q., Clemons, C. M., Yao. F., and Xu, Y.  
(2007). "Influence o nanoclay on  
properties of HDPE/wood composites,"  
Journal of Applied Polymer science  
18,1425-1433.

Muthadhi, A., Anitha, R. and Kothandaraman, S.  
(2007). Rice Husk Ash - Properties and

Its Uses: A Review. IE(I) Journal-CV, 88: 50 - 56.

Machado,A.V., Covas, J.A., dan Vanduin, M., (2005), Effect of Processing Conditions on Grafting of Maleic Anhydride onto Polyolefins, University of Minho, Portugal.

Ni'mah, Y.L., Atmaja, L., dan Juwono, H., (2009), Synthesis and Characterization of HDPE Plastic Film for Herbicide Container Using Fly Ash Class F as Filler, Indo.J. Chem 9(3) : 348-354

Nikmatin.S,(2013 ), Kajian Sifat Termal Dan Kristalografi Nanopartikel Biomassa Rotan Sebagai Filler Bionanokomposit Prosiding Simposium Nasional Inovasi Pembelajaran dan Sains 2013 (SNIPS 2013) 3-4 Juli 2013, Bandung, Indonesia

Prasad C.S., Maiti K.N., Venugopal R., (2001), "Effect of rice husk ash in whiteware compositions", Ceramic International, 27, 629-635.

Supakorn Pukird, Pattanasuk Chamninok, Supon Samran, Pristanuch Kasian Kiattisak Noipa And Lee Chow. (2009) ,Synthesis and Characterization of  $\text{SiO}_2$  Nanowires Prepared from Rice Husk Ash , Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol.19 No.2 pp.33-37

Sun, L., Gong, K., 2001. Review, silicon-based materials from ricehusks and their applications. Ind. Eng. Chem. Res. 40, 5861-5877.

Sinto Jacob, Suma K.K. Sona Narayanan, Abhilash G, Jude Martin Mendez K.E.George,(2010)," Maleic anhydride modification of PP/silica nanocomposites",International Conference on Advances in Polymer Technology, Feb. 26-27, 2010, India, Page No. 223.

Samal, S. K., Nayak, S., and Mohanty, S. (2008). "Polypropylene nanocomposites. Effect of organo-modified layered silicates on

mechanical, thermal and morphological performance," *Journal of Thermoplastic Composite Material* 8,,243-263.

Thuadaij, N and Nuntiya, A. 2008. Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash Prepared by Precipitation Method. *CMU.J. Nat. Sci. Special Issue on Nanotechnology Vol 7(1)*

Tomi Budi Waluyo, Suryadi, Nurul Taufiqu Rochman,(2013), Pembuatan Partikel Nano  $Fe_2O_3$  Dengan Kombinasi Ball-Milling Dan Ultrasonic- Milling Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013 hal 48-51

Tjong,S.C.(2006) structural and mechanical properties of polymer nanocomposites A.review,*Journal of Material Science and Engineering* 53,73-197.

Utracki,L.A.,Sephehr,M., and Boccaleri, E. (2007).  
"Synthetic layered nanoparticles

for polymeric nanocomposites (PNCs); A review."Journal of Polymer Advanced Technology 18, 1-37

Zebarjad, S. M, Sajjadi, S. A., Tahani, M., and Lazzeri, A. (2006). A study on ther mal behaviour of HDPE/CaCO<sub>3</sub> nanocomposites, Journal of Achievements in Materials and Manuf acturing Engineering 17 Issue 1-2,173-176

Wu,Q.,Lei,y.,Clemons,C.M.,Yao,F.,Xu,Y.,and Lian,K, (2007),Properties of HDPE/Caly/Wood Nanocomposites, Journal of Plastic Technology 27,108-115

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY