

**PREPARASI KOMPOSIT SILIKA DARI SEKAM PADI DENGAN  $\text{Fe}_3\text{O}_4$   
DAN APLIKASINYA UNTUK MENYERAP ZAT WARNA METILEN  
BIRU**

**SKRIPSI**

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh  
Gelar Sarjana Bidang Studi Kimia**



**DIAN MAYANG SARI**

**08031181621016**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**PREPARASI KOMPOSIT SILIKA DARI SEKAM PADI DENGAN  $Fe_3O_4$   
DAN APLIKASINYA UNTUK MENYERAP ZAT WARNA METILEN  
BIRU**

**SKRIPSI**

Diajukan Untuk Melengkapi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains Bidang Studi Kimia

Oleh :

**DIAN MAYANG SARI**

**08031181621016**

Indralaya, 30 September 2020

**Pembimbing I**

**Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si.**  
NIP. 196808271994022001

**Pembimbing II**

**Dr. Desnelli, M.Si.**  
NIP. 196912251997022001

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Prof. Dr. Iskand Iskandar, M.Sc**  
NIP. 197210041997021001

## HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul “Preparasi Komposit Silika dari Sekam Padi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan Aplikasinya Untuk Menyerap Zat Warna Metilen Biru” telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Sidang Sarjana Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada Tanggal 28 September 2020 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai masukan yang diberikan.

Indralaya, 30 September 2020

**Ketua :**

1. **Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si.**

NIP. 196808271994022001

**Anggota :**

2. **Dr. Desnelli, M.Si.**

NIP. 196912251997022001

3. **Nova Yuliasari, M.Si.**

NIP. 197307261999032001

4. **Dr. Addy Rachmat, M.Si.**

NIP. 197409282000121001

5. **Dra. Julinar, M.Si.**

NIP. 196507251993032002

(  )

(  )

(  )

(  )


(  )

Mengetahui,

**Dean FMIPA**

  
**Prof. Dr. Iskhq Iskandar, M.Sc**  
NIP. 197210041997021001

**Ketua Jurusan Kimia**

  
**Dr. Hasanudin, M.Si**  
NIP. 197205151997021003

## PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama Mahasiswa : Dian Mayang Sari

NIM : 08031181621016

Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kim-ia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 30 September 2020

Penulis,



Dian Mayang Sari

NIM. 08031181621016

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK  
KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Dian Mayang Sari

NIM : 08031181621016

Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia

JenisKarya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-eksklusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul: “Preparasi Komposit Silika dari Sekam Padi dengan  $Fe_3O_4$  dan Aplikasinya Untuk Menyerap Zat Warna Metilen Biru”. Dengan hak bebas royalti non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalih, edit/memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 30 September 2020

Yang menyatakan,



Dian Mayang Sari

NIM. 08031181621016

## LEMBAR PERSEMBAHAN

Bismillaahirrahmaanirrahiim

Skripsi ini sebagai tanda syukur ku kepada:

Allah SWT

Nabi Muhammad SAW

Dan kupersembahkan Skripsi ini kepada:

- ❖ Kedua Orangtuaku yang aku cintai dan aku sayangi.
- ❖ Keluarga besarku yang selalu mendoakanku dan memberi semangat.
- ❖ Pembimbing Skripsiku Ibu Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si dan Ibu Dr. Desnelli, M.Si.
- ❖ Almamater Universitas Sriwijaya.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala Puji dan Syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT karena berkat rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Preparasi Komposit Silika dari Sekam Padi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan Aplikasinya Untuk Menyerap Zat Warna Metilen Biru”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Sriwijaya. Pada kesempatan ini Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

- Bapak Prof. Dr. Ishak Iskandar, M.Sc selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.
- Bapak Dr. Hasanudin, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya.
- Ibu Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si sebagai pembimbing pertama skripsi ini yang selalu memberikan motivasi dan pelajaran hidup yang bermakna dari pertama penulisan skripsi hingga penulis menyelesaikan tugas dalam memperoleh gelar sarjana. Semoga Ibu dan keluarga senantiasa selalu dalam keadaan sehat dan dalam lindungan Allah SWT. Aamiin YRA.
- Ibu Dr. Desnelli, M.Si sebagai pembimbing kedua yang telah membantu hingga penulis memperoleh gelar sarjana ini dan telah memberikan motivasi serta pelajaran hidup yang bermakna. Semoga kebaikan yang Ibu miliki mendapatkan balasan yang indah dari Allah SWT. Aamiin YRA.
- Bapak Drs. Almunadi T Panagan, M.Si sebagai dosen pembimbing akademik yang telah membantu dari awal perkuliahan hingga penulis memperoleh gelar sarjana ini. Semoga kebaikan dan rendah hati yang Bapak miliki mendapatkan balasan yang indah dari Allah SWT. Aamiin YRA.
- Seluruh Dosen dan Staff Pegawai di Jurusan Kimia, FMIPA, UNSRI.
- Kedua orangtuaku tersayang Papa Muhammad Jais dan Mama Tin Ratna yang selalu memberikan dukungan, semangat dan doa yang tiada henti.

- Keluarga Besarku Eti Family yang selalu memberi semangat dan mendoakan yang terbaik untukku.
- Abang Juam yang menjadi tempat curhat dikala aku sedang lelah, abang selalu memberi semangat dan doa yang tiada henti-hentinya.
- Kak winda yang selalu memberikan semangat, dukungan dan doa yang tiada henti.
- Ujang yang selalu menemani pulang pergi Palembang-layo-palembang meskipun hujan panas tetap menemani aku dengan sabar dan penuh kasih sayang selalu memberikan semangat dan doa yang tiada henti.
- Kk Fadhil yang selalu membantu kasih ide untuk penulisan serta belajar bareng dari awal hingga skripsi ini terbentuk, terimakasih sudah berbagi ilmunya.
- Teman-temanku Lol Friend's yang selalu memberikan dukungan dan doa.
- Teman-Temanku Vina dan Patimah yang selalu bersama menjalani drama perkuliahan serta selalu menemani aku makan dikantin.
- Teman seperjuangan TA ku Sabilla dan Yasinta yang selalu bersama menemani dari awal penulisan hingga terbentuk skripsi ini serta saran, bantuan, semangat dan doa yang diberikan.
- Sahabatku Fahmi Azmi yang selalu memberi motivasi, dukungan dan doa.
- Luvita teman KP yang selalu memberi semangat dan partner makan.
- Teman-teman seperjuangan di Jurusan Kimia, FMIPA, Unsri

Saya menyadari masih banyak sekali terdapat kekurangan dalam skripsi ini, semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua.

Indralaya, September 2020



Dian Mayang Sari

NIM.08031181621016



## SUMMARY

### PREPARATION OF SILICA COMPOSITE FROM RICE HUSK WITH $\text{Fe}_3\text{O}_4$ AND ITS APPLICATION FOR ABSORPTION BLUE METHYLENE DYES

Dian Mayang Sari: Supervised by Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si.  
and Dr. Desnelli, M.Si.

Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University

xvi + 71 pages, 14 pictures, 5 tables, 17 attachments

Research had been carried out on the preparation of silica composites from rice husk with  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and its application to adsorption methylene blue dyes. Preparation materials were characterized using XRD, SEM-EDS and VSM. Silica adsorption on methylene blue dye was carried out with 2 variables, namely the influence of contact time and the effect of concentration. XRD diffractogram showed that silica, magnetite nanoparticles and silica-magnetite composites were successfully synthesized by the appear of silica diffraction pattern at  $2\theta = 22.24^\circ$  in the amorphous phase, magnetite nanoparticles appeared at diffraction pattern at  $2\theta = 19.5^\circ$ ;  $35.66^\circ$ ;  $57.21^\circ$ ;  $62.91^\circ$  and  $71.3^\circ$ , while silica-magnetite composites appear diffraction pattern at  $2\theta = 35.65^\circ$ . The SEM-EDS results show that the morphological shape of the silica material, magnetite nanoparticles and silica-magnetite composites is almost the same, has an irregular morphology and is a bit porous. VSM results show that magnetite nanoparticles have a magnetization value of 90 emu/g while silica-magnetite composites are 20 emu/g. Optimum conditions were obtained at 80 minutes contact time. The kinetics of adsorption of silica-magnetite composites follow the pseudo second order pattern with a correlative coefficient value ( $R^2$ ) = 0.9999 and the adsorption isotherm follows the Langmuir equation with maximum adsorption capacity ( $Q_m$ ) = 74.074 mg/g.

**Keywords** : composites, silica, magnetite nanoparticles, methylene blue

Citation : 2006-2019

## RINGKASAN

### PREPARASI KOMPOSIT SILIKA DARI SEKAM PADI DENGAN $\text{Fe}_3\text{O}_4$ DAN APLIKASINYA UNTUK MENYERAP ZAT WARNA METILEN BIRU

Dian Mayang Sari : Dibimbing Oleh Prof. Dr. Poedji Loekitowati Hariani, M.Si. dan Dr. Desnelli, M.Si.

Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya

xvi+ 71 halaman, 14 gambar, 5 tabel, 17 lampiran

Telah dilakukan penelitian tentang preparasi komposit silika dari sekam padi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan aplikasinya untuk menyerap zat warna metilen biru. Material hasil preparasi dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS dan VSM. Adsorpsi silika terhadap zat warna metilen biru dilakukan dengan 2 variabel yaitu pengaruh waktu kontak dan pengaruh konsentrasi. Difraktogram XRD menunjukkan bahwa silika, nanopartikel magnetit dan komposit silika-magnetit berhasil disintesis dengan munculnya pola difraksi silika pada  $2\theta = 22,24^\circ$  berada pada fase amorf, nanopartikel magnetit muncul pola difraksi pada  $2\theta = 19,5^\circ$ ;  $35,66^\circ$ ;  $57,21^\circ$ ;  $62,91^\circ$  dan  $71,3^\circ$ , sedangkan komposit silika-magnetit muncul pola difraksi pada  $2\theta = 35,65^\circ$ . Hasil SEM-EDS menunjukkan bahwa bentuk morfologi material silika, nanopartikel magnetit dan komposit silika-magnetit hampir sama, memiliki morfologi yang tidak beraturan dan sedikit berpori. Hasil VSM menunjukkan pada nanopartikel magnetit nilai magnetisasi sekitar 90 emu/g sedangkan komposit silika-magnetit sekitar 20 emu/g. Kondisi optimum diperoleh pada waktu kontak 80 menit. Kinetika adsorpsi komposit silika-magnetit mengikuti pola *pseudo second order* dengan nilai koefisien korelatif ( $R^2$ ) = 0,9999 dan isoterm adsorpsi mengikuti persamaan *Langmuir* dengan kapasitas adsorpsi maksimum ( $Q_m$ ) = 74,074 mg/g.

**Kata kunci** : komposit, silika, nanopartikel magnetit, metilen biru

Sitasi : 2006-2019

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI ILMIAH</b> .....	<b>v</b>
<b>LEMBAR PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>SUMMARY</b> .....	<b>ix</b>
<b>RINGKASAN</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xvi</b>
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Sekam Padi .....	4
2.2 Silika (SiO <sub>2</sub> ) .....	5
2.3 Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) .....	6
2.4 Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	6
2.5 Zat Warna Metilen Biru .....	7
2.6 Karakterisasi Adsorben .....	7
2.6.1 <i>Point of Zero Charge (PZC)</i> .....	7
2.6.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	8
2.6.3 SEM-EDS .....	10
2.6.4 <i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	10
2.6.5 Spektrofotometri UV-Vis .....	11

2.7	Adsorpsi .....	12
2.8	Isoterm Adsorpsi .....	12
2.9	Kinetika Adsorpsi .....	13

### **BAB III. METODOLOGI PENELITIAN**

3.1	Waktu dan Tempat .....	14
3.2	Alat dan Bahan .....	14
3.2.1	Alat .....	14
3.2.2	Bahan .....	14
3.3	Prosedur Penelitian .....	14
3.3.1	Pengambilan Sampel Sekam Padi .....	14
3.3.2	Ekstraksi Silika Dari Sekam Padi .....	15
3.3.3	Sintesis Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Nanopartikel .....	15
3.3.4	Pembuatan Material Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	15
3.3.5	Karakterisasi .....	16
3.3.5.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	16
3.3.5.2	<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDS)</i> .....	16
3.3.5.3	<i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	16
3.3.6	Pengukuran pH <i>Point Zero Charge</i> Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	16
3.3.7	Penentuan Konsentrasi Zat Warna Metilen Biru .....	17
3.3.7.1	Pembuatan Larutan Standar Zat Warna Metilen Biru ....	17
3.3.7.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Zat Warna Metilen Biru .....	17
3.3.7.3	Pembuatan Kurva Kalibrasi Zat Warna Metilen Biru ....	17
3.3.8	Penentuan Kondisi Optimum Penyerapan Zat Warna Metilen Biru oleh Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	18
3.3.8.1	Pengaruh Waktu .....	18
3.3.8.2	Pengaruh Konsentrasi .....	18
3.4	Analisis Data .....	19
3.4.1	Analisa Karakterisasi .....	19
3.4.1.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	19

3.4.1.2	<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDS)</i> .....	19
3.4.1.3	<i>Vibrating Sample Magnetometer (VSM)</i> .....	19
3.4.2	Analisa Daya Serap .....	19
3.4.3	Analisa Kinetika Adsorpsi .....	20
3.4.4	Analisa Isoterm Adsorpsi .....	20
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Ekstraksi SiO <sub>2</sub> Dari Sekam Padi .....	21
4.2	Sintesis Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	22
4.3	Sintesis Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	23
4.4	Karakterisasi menggunakan XRD .....	23
4.5	Karakterisasi menggunakan SEM-EDS .....	25
4.6	Karakterisasi menggunakan VSM .....	27
4.7	Penentuan pH <i>Point Zero Charge</i> Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	28
4.8	Hasil Penentuan Kondisi Optimum .....	28
4.8.1	Variasi Waktu .....	28
4.8.2	Variasi Konsentrasi .....	29
4.9	Kinetika dan Isoterm Adsorpsi .....	30
4.9.1	Kinetika Adsorpsi .....	30
4.9.2	Isoterm Adsorpsi .....	31
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	33
5.2	Saran .....	33
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....		<b>34</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....		<b>39</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Sekam Padi .....	4
Gambar 2. Struktur Metilen Biru .....	7
Gambar 3. Pola XRD SiO <sub>2</sub> dari Sekam Padi .....	9
Gambar 4. Hasil Uji XRD Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	9
Gambar 5. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Metilen Biru .....	12
Gambar 6. (a) Silika Gel (b) SiO <sub>2</sub> dari Sekam Padi .....	22
Gambar 7. (a) Endapan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (b) Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	22
Gambar 8. Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	23
Gambar 9. Pola Difraktogram Sinar-X SiO <sub>2</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	24
Gambar 10. Foto SEM A) SiO <sub>2</sub> , B) Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , (C) Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	26
Gambar 11. Kurva Histeresis VSM Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	27
Gambar 12. Grafik Penentuan pH <i>Point Zero Charge</i> .....	28
Gambar 13. Kurva Pengaruh Variasi Waktu Kontak .....	29
Gambar 14. Kurva Pengaruh Variasi Konsentrasi .....	30

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Komposisi Abu Sekam Padi .....	5
Tabel 2. Karakterisasi XRD SiO <sub>2</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	25
Tabel 3. Komposit Kandungan Unsur SiO <sub>2</sub> , Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	26
Tabel 4. Data Parameter Kinetika Adsorpsi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru .....	31
Tabel 5. Data Parameter Isoterm Adsorpsi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru .....	32

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Kadar Abu Sekam Padi .....	40
Lampiran 2. Perhitungan Rendemen Silika .....	41
Lampiran 3. Perhitungan Rendemen Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	42
Lampiran 4. Perhitungan Rendemen Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	43
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi SiO <sub>2</sub> dengan Menggunakan XRD .....	44
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD .....	46
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Menggunakan XRD .....	48
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi SiO <sub>2</sub> dengan Menggunakan SEM-EDS .....	50
Lampiran 9. Hasil Karakterisasi Nanopartikel Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) dengan Menggunakan SEM-EDS .....	52
Lampiran 10. Hasil Karakterisasi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dengan Menggunakan SEM-EDS .....	54
Lampiran 11. Hasil Karakterisasi Nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> Dengan Menggunakan VSM .....	56
Lampiran 12. Pengukuran pH <i>Point Zero Charge</i> (pH <sub>PZC</sub> ) .....	57
Lampiran 13. Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru .....	58
Lampiran 14. Kurva Kalibrasi Metilen Biru .....	59
Lampiran 15. Perhitungan Daya Serap Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru dengan Variasi Waktu Kontak .....	60
Lampiran 16. Perhitungan Kinetika Adsorpsi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru .....	62
Lampiran 17. Perhitungan Daya Serap Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru dengan Variasi Konsentrasi .....	66
Lampiran 18. Perhitungan Isoterm Adsorpsi Komposit SiO <sub>2</sub> -Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> terhadap Zat Warna Metilen Biru .....	68
Lampiran 19. Gambar Penelitian .....	71



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara penghasil padi yang cukup melimpah, menurut data dari badan pusat statistik di tahun 2019 produksi padi di Indonesia sebanyak 54,60 juta ton (Badan Pusat Statistika, 2020). Menurut Handayani, dkk (2015) abu sekam padi mengandung  $\text{SiO}_2$  sekitar 87-97%.  $\text{SiO}_2$  yang dihasilkan dari sekam padi memiliki beberapa kelebihan diantaranya memiliki butiran halus, dapat diperoleh dengan mudah dan biaya yang relatif murah, serta ketersediaan bahan baku yang melimpah dan dapat diperbaharui, sehingga memiliki aplikasi yang cukup luas penggunaannya (Agung dkk, 2013).

$\text{SiO}_2$  yang terkandung dalam sekam padi dapat diekstraksi dengan menggunakan metode refluks. Metode refluks adalah proses ekstraksi dengan pelarut pada temperatur titik didihnya, selama waktu tertentu dengan jumlah pelarut terbatas yang relatif konstan dan adanya pendingin balik. Ekstraksi dapat berlangsung dengan efisien dan senyawa dalam sampel lebih efektif dapat ditarik oleh pelarut (Susanty dan Bachmid, 2016). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Pratomo dkk (2013) yaitu ekstraksi silika dari abu sekam padi menggunakan metode refluks dengan pemanasan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 2 jam diperoleh kadar silika sebesar 96,5%.

$\text{SiO}_2$  dikenal sebagai adsorben yang mampu mengadsorpsi zat warna, contohnya seperti zat warna metilen biru (Chrisyanti dkk, 2018). Zat warna metilen biru bersifat toksik sehingga menjadi perhatian besar dalam proses pengolahan limbah karena senyawanya yang sulit diuraikan (Falahiyyah, 2015). Besarnya dampak yang ditimbulkan pada zat warna sintetik ini, maka diperlukan upaya untuk mengurangi dampak dari zat warna metilen biru. Salah satu upaya yang dapat mengurangi pencemaran zat warna metilen biru ialah dengan metode adsorpsi menggunakan adsorben (Fitriani dkk, 2015). Menurut Wilhan dkk, (2016) Adsorpsi adalah teknik yang efisien untuk menghadapi masalah pencemaran limbah cair domestik dan industri, karena dapat menghilangkan bau serta menurunkan kadar zat warna dari larutan. Menurut Han dkk (2016), zat

warna metilen biru dapat teradsorpsi 90% dengan menggunakan SiO<sub>2</sub>. Senyawa SiO<sub>2</sub> memiliki gugus silanol ( $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ ) dan siloksan ( $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$ ) yang merupakan situs aktif yang mampu bertindak adsorben. SiO<sub>2</sub> memiliki atom oksigen (O<sup>-</sup>) cukup reaktif yang mampu mengikat atom nitrogen (N<sup>+</sup>) yang terdapat pada zat warna metilen biru.

Penggunaan nanopartikel magnetik dalam proses adsorpsi mempunyai keunggulan karena setelah penyerapan nanopartikel dapat dipisahkan secara magnetik dari larutan (Dewi dan Ridwan, 2012). Magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki daya serap yang besar serta kemampuan merespon medan magnet sehingga memudahkan proses pemisahan adsorben dari larutan (Pratiwi dkk, 2017). Fisli *et al*, (2017) telah melakukan pembuatan komposit SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan menggunakan SiO<sub>2</sub> merk aldrich, karakterisasi dan penggunaan komposit SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben untuk menghilangkan zat warna metilen biru.

Berdasarkan uraian tersebut pada penelitian ini dilakukan ekstraksi silika dari sekam padi dengan menggunakan metode refluks, selanjutnya dikompositkan dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasil dari komposit tersebut diaplikasikan untuk menyerap zat warna metilen biru. Komposit SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Powder Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran partikel, SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi unsur penyusunnya, VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) untuk menganalisis sifat magnetik serta Spektrofotometer Uv-Vis untuk menentukan konsentrasi zat warna metilen biru. Variabel yang digunakan untuk proses adsorpsi ialah pengaruh konsentrasi dan pengaruh waktu kontak dan selanjutnya ditentukan isotherm adsorpsi dan kinetika reaksi.

## 1.2 Rumusan Masalah

Sekam padi mengandung SiO<sub>2</sub> cukup tinggi sekitar 85-90% (Coniwanti dkk, 2008), SiO<sub>2</sub> dari sekam padi dapat diekstraksi dengan menggunakan metode refluks. Selanjutnya SiO<sub>2</sub> dapat dikompositkan dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> membentuk komposit yang bersifat magnetik untuk menyerap zat warna metilen biru, sehingga pemisahan adsorpsi dari larutan lebih efektif karena tidak perlu penyaringan. Berikut rumusan masalah dari penelitian ini :

1. Bagaimana karakteristik  $\text{SiO}_2$  dari sekam padi yang diekstraksi dengan metode refluks dan komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  yang dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS dan VSM?
2. Bagaimana kemampuan  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  dalam menyerap zat warna metilen biru?
3. Bagaimana kinetika dan isoterm adsorpsi dari komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  ?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Preparasi  $\text{SiO}_2$  dari sekam padi dengan metode refluks dan komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  yang di karakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS serta VSM.
2. Optimasi kemampuan daya serap komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  dengan variabel pengaruh konsentrasi zat warna dan variasi waktu kontak untuk menyerap zat warna metilen biru.
3. Menentukan kinetika dan isoterm adsorpsi komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  terhadap zat warna metilen biru.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Dapat memberikan informasi pemanfaatan limbah dari sekam padi yang dapat dipreparasi sebagai silika dan komposit  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$  bisa diaplikasikan dalam menyerap zat warna metilen biru.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Adi, W. A., Fauzi, R., Taryana, Y dan Yusmaniar. 2018. Pengaruh Komposisi Silika dari Abu Sekam Padi terhadap Daya Serap Gelombang Elektromagnetik pada Komposit *Unsaturated Polyester Resins/Silika*. *Jurnal Ilmu Dasar*. 19(1): 7-16.
- Agung, M. F. G., Hanafie, M. R dan Mardina, P. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Jurnal Konversi*. 2(1): 28-31.
- Ahmed, I. M and Gasser, M. S. 2012. Adsorption Study of Anionic Reactive Dye from Aqueous Solution to Mg-Fe-CO<sub>3</sub> Layered Double Hydroxide (LDH). *Applied Surface Science*. 259: 650-656.
- Anggraini, M. 2017. Studi Adsorpsi Zat Warna Metilen Biru oleh Biomassa *Nitzschia sp.* yang Dimobilisasi dengan Silika-Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Atmono, T. M., Prasetyowati, R dan Kartika, A. M. R. 2015. Pembuatan Prototipe *Vibrating Sample Magnetometer* untuk Pengamatan Sifat Magnetik Lapisan Tipis. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah*. Pusat Sains dan Teknologi Nuklir: Yogyakarta.
- Azhari dan Muchtar, A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Material Berpori Berbasis Mineral Silika Pulau Belitung. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*. 12(3): 161-170.
- Badan Pusat Statistika (BPS). <https://www.bps.go.id>. Diakses tanggal 4 Februari 2020.
- Chrisyanti, D., Gunawan dan Haris, A. 2018. Blue Methylene Retrieval Using Silica-Salicylic Acid Modified Filtering. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 21(1): 19-23.
- Coniwanti, P., Srikandhy, R dan Apriliyanni. 2008. Pengaruh Proses Pengeringan, Normalitas HCl, dan Temperatur Pembakaran Pada Pembuatan Silika dari Sekam Padi. *Jurnal Teknik Kimia*. 1(15): 20-36.

- Dewi, S. H dan Ridwan. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Magnetik untuk Adsorpsi Kromium Heksavalen. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 13(2): 136-140.
- Fadhilah, A. H., Ngatijo dan Gusti, D. R. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Magnetit Terlapis Dimerkaptosilika. *Chempublish Journal*. 4(2): 81-88.
- Fajri, R. I., Tarkono dan Sugiyanto. 2013. Studi Sifat Mekanik Komposit Serat *Sansevieria Cylindrica* dengan Variasi Fraksi Volume Bermatrik Polyestek. *Jurnal FEMA*. 1(2): 85-93.
- Falahiyah. 2015. Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Abu dari Sabut dan Tempurung Kelapa Teraktivasi Asam Sulfat. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ferreira, C. S., Santos, P. L., Bonacin, J. A., Passos, R. R and Pocrifka, L. A. 2015. Rice Husk Reuse in The Preparation of  $\text{SnO}_2/\text{SiO}_2$  Nanocomposite. *Materials Research*. 18(3): 641-643.
- Fisli, A., Ridwan., Krisnandi, Y. K and Gunlazuardi, J. 2017. Preparation and Characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  Composite for Methylene Blue Removal in Water. *International Journal of Technology*. 1: 76-84.
- Fitriani, D., Oktiarni, D dan Lusiana. 2015. Pemanfaatan Kulit Pisang Sebagai Adsorben Zat Warna *Methylene Blue*. *Jurnal Gradien*. 11(2): 1091-1095.
- Gandhimthi, R., Vijayaraj, S dan Jyothirmaie, M.P. 2012. Analytical Process of Drugs by Ultraviolet (UV) Spectroscopy – A Review. *International Journal of Pharmaceutical Research & Analysis*. 2(2): 72-78.
- Han, H., Wei, W., Jiang, Z., Lu, J., Zhu, J and Xie, J. 2016. Removal of Cationic Dyes from Aqueous Solution by Adsorption onto Hydrophobic/Hydrophilic Silica Aerogel. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 509(16): 539-549.
- Handayani, L. W., Riwayati, I dan Ratnani, R. D. 2015. Adsorpsi Pewarna Metilen Biru Menggunakan Senyawa Xanthat Pulpa Kopi. *Jurnal Momentum*. 11(1): 19-23.
- Handayani, M dan Sulistiyono, E. 2009. Uji Persamaan Langmuir dan Freundlich Pada Penyerapan Limbah Chrom (VI) Oleh Zeolit. *Prosiding Seminar*

- Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*. PTNBR-BATAN Bandung. Pada 3 Juni 2009.
- Hariani, P. L., Faizal, M., Ridwan., Marsi and Setiabudidaya, D. 2013. Synthesis and Properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles by Co-Precipitation Method to Removal Procion Dye. *International Journal of Environmental Science and Development*. 4(3): 336-340.
- Hartono, R., Elhusna dan Supriani, F. 2015. Pengaruh Penambahan Abu Sekam Padi (ASP) Terhadap Kuat Tekan dan Absorpsi Bata Merah. *Jurnal Inersia*. 7(1): 23-32.
- Hasibuan, F. A., Pardede, I dan Suharyadi, E. 2015. Kajian Magnetoresistansi Pada Nanopartikel Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang Dienkapsulasi dengan Polyethylene Glycole (PEG) dan Biomaterial Dengan Sensor Lapisan Tipis Co/Cu Multilayer Berbasis Giant Magnetoresistance (GMR). *Jurnal Fisika Indonesia*. 55(19): 13-19.
- Hidayat, T dan Hartini, H. S. 2013. Recovery Silika dari Abu Batubara Boiler Tekanan Rendah. *Jurnal Konversi*. 2(2): 35-42.
- Huda, T dan Yulitaningtyas, T. K. 2018. Kajian Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang. *Indonesian Journal Chemistry*. 01(01): 09-19.
- Jasmal., Sulfikar dan Ramiawati. 2015. Kapasitas Adsorpsi Arang Aktif Ijuk Pohon Aren (Arenga Pinnata) Terhadap Pb<sup>2+</sup>. *Jurnal Sainsmat*. 4(1): 57-66.
- Kasmiani., Sri, W dan Hasbi, B. 2018. Analisis Potensi Air Asam Tambang Pada Batuan Pengapit Batubara di Salopuru Berdasarkan Karakteristik Geokimia. *Jurnal Geomine*. 6(3): 138-143.
- Kausar, R. A. 2017. Pelapisan Silika-Magnetit dalam Sintesis Hibrida Alga *Spirulina sp.* Sebagai Adsorben Metilen Biru. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Lampung.
- Kusuma, M. I., Tarkono dan M. Badaruddin. 2013. Pengaruh Penambahan Abu Sekam Padi Terhadap Kekuatan Tekan dan Porositas Genteng Tanah Liat Kabupaten Pringsewu. *Jurnal FEMA*. 1(1): 24-30.

- Mertiati, L., Maulinda, L., Khalil, M dan Zulmiardi. 2015. Pengaruh Temperatur Pengeringan dan Konsentrasi Asam Sitrat Pada Pembuatan Silika Gel Dari Sekam Padi. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. 4(1): 78-88.
- Nurmadinah. 2017. Sintesis dan Karakterisasi  $Mn_{1-x}Co_xFe_2O_4$  Berbasis Pasir Besi Alam dengan Metode Kopresipitasi Sebagai Adsorben Ion Logam Berat Timbal (Pb). *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi: Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
- Pangestuti, S. 2017. Pengaruh Aditif Ferro Boron (FeB) Terhadap Karakteristik Serbut Hematit ( $\alpha-Fe_3O_4$ ). *Skripsi*. Jurusan Fisika. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Lampung.
- Pratiwi, Y., Ramli dan Ratnawulan. 2017. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Kristal Magnetite ( $Fe_3O_4$ ) Berbahan Dasar Mineral Vulkanik dari Gunung Talang Sumatera Barat. *Pillar of Physics*. 10(1): 102-108.
- Pratomo, I., Wardhani, S dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl Dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. 2(1): 358-364.
- Rahim, M. A. A., Mohamed, M and Ahmed, M. A. M. 2015. Production of Activated Carbon and Precipitated White Nanosilica from Rice Husk Ash. *International Journal of Advanced Research*. 3(2): 491-498.
- Rahimah., Fadli, A., Yelmida., Nurfajriani dan Zakwan. 2019. Synthesis and Characterization Nanomagnetite by Co-precipitation. *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology*. 2(2): 90-96.
- Ramadhan, N. I., Munasir dan Triwikantoro. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk  $SiO_2$  Dengan Variasi pH dan Molaritas Berbahan Dasar Pasir Bancar, Tuban. *Jurnal Sains dan Semi Pomits*. 3(1): 2337-3520.
- Ramadhani, A., Muhdarina dan Amilia, L. 2015. Kapasitas Adsorpsi Metilen Biru oleh Lempung Cengar Teraktivasi Asam Sulfat. *Jurnal JOM FMIPA*. 2(1): 232-238.
- Sari, T. A., Hamdi dan Mufit, F. 2014. Identifikasi Mineral Magnetik Pada Guano di Gua Bau-Bau Kalimantan Timur Menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. *Pillar of Physics*. 1: 97-104.

- Setyani, A dan Wibowo, E. A. P. 2017. Fabrikasi Nanotubes Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Menggunakan Metode Hidrotermal. *Jurnal kimia Valensi*. 3(1): 20-26.
- Simamora, P dan Krisna. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Sifat Magnetik Nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -Montmorilonit Berdasarkan Variasi Suhu. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*. Pada 4 Oktober 2015.
- Subakti, A., Malino, M. B dan Nurhasanah. 2013. Optimasi Kandungan Silikon Dalam Produk Reaksi Metalotermis Silika dari Abu Sekam Padi dan Aluminium Berdasarkan Lama Waktu Reaksi. *Jurnal Prisma Fisika*. 1(2): 1-3.
- Sulungbudi, G., Mujamilah dan Ridwan. 2006. Variasi Komposisi Fe(II)/Fe(III) Pada Proses Sintesis *Spiom* dengan Metode Presipitasi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 8(1): 31-34.
- Susanti., Widiarti, N dan Prasetya, A. 2017. Sintesis Silika Gel Teraktivasi dari Pasir Kuarsa untuk Menurunkan Kadar Ion  $\text{Cu}^{2+}$  dalam air. *Jurnal MIPA*. 40(1): 39-42.
- Susanty dan Bachmid, F. 2016. Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi dan Refluks Terhadap Kadar Fenolik dari Ekstrak Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*). *Jurnal Konversi*. 5(2): 87-93.
- Tebriani, S. 2019. Analisis Vibrating Sample Magnetometer (VSM) pada Hasil Elektrodeposisi Lapisan Tipis Magnetite Menggunakan Aruscontinue Direct Current. *Natural Science Journal*. 5(1): 722-730.
- Wahyuni, M. S dan Hastuti, E. 2010. Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD dan X-Ray Physics Basic Unit. *Jurnal Neutrino*. 3(1): 32-43.
- Wilhan, A. B., Taufiq, A dan Widiastuti, D. 2016. Optimasi Waktu dan pH Terhadap Adsorpsi Metilen Biru Dengan Silika Gel Sintesis Abu Tongkol Jagung. *Skripsi*. FMIPA. Universitas Pakuan Bogor.
- Winatapura, D. S dan Yusuf, S. 2014. Sintesis Komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ - $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  dan Aplikasinya untuk Mendegradasi Limbah Zat Warna Methylene Blue. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 15(3): 147-152.