

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT  
UPR/*CORE-SHELL* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> BERBAHAN DASAR  
SEKAM PADI SEBAGAI MATERIAL PENYERAP  
GELOMBANG MIKRO**

**SKRIPSI**

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Sarjana Sains**



**INES BELLA AGUSTINA  
3325130976**

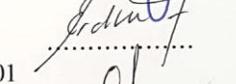
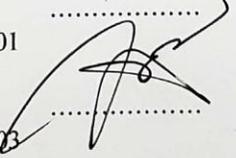
**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA  
2017**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT UPR/*CORE-SHELL*  
SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> BERBAHAN DASAR SEKAM PADI SEBAGAI MATERIAL  
PENYERAP GELOMBANG MIKRO

NAMA : INES BELLA AGUSTINA

NO REG : 3325130976

Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung Jawab		23/8/2017
Dekan : <u>Prof. Dr. Suryono, M.Si</u> NIP. 19671218 199303 1 005		
Wakil Penanggung Jawab		23/8/2017
Pembantu Dekan I : <u>Muktiningsih N., M.Si</u> NIP. 19640511 198903 2 001		
Ketua : <u>Prof. Dr. Erdawati, M.Sc</u> NIP. 19510912 198103 2 001		15/8/2017
Sekretaris : <u>Drs. Suhartono, M.Kes</u> NIP. 19550712 198303 1 001		19/8/2017
Anggota		15/8/2017
Penguji I : <u>Arif Rahman, M.Sc</u> NIP. 19790216 200501 1 003		
Pembimbing I : <u>Dr. Yusmaniar, M.Si</u> NIP. 19620626 199602 2 001		21/8/2017
Pembimbing II : <u>Dr. Wisnu Ari Adi, M.Si</u> NIP. 19711213 199803 1 003		21/8/2017

Dinyatakan lulus ujian skripsi pada tanggal 8 Agustus 2017

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi Komposit UPR/Core-Shell SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Berbahan Dasar Sekam Padi Sebagai Material Penyerap Gelombang Mikro**” yang disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Program Studi Kimia Universitas Negeri Jakarta adalah karya ilmiah saya dengan arahan dari dosen pembimbing.

Sumber informasi yang diperoleh dari penulis lain yang telah dipublikasikan yang disebutkan dalam teks skripsi ini, telah dicantumkan dalam Daftar Pustaka sesuai dengan norma, kaidah, dan etika penulisan ilmiah.

Jika dikemudian hari ditemukan sebagian besar skripsi ini bukan hasil karya saya sendiri dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya sanding dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Jakarta, 8 Agustus 2017

METERAI  
TEMPEL

86534AE7584496992

6000

ENAM RIBU RUPIAH

INES DELIA AGUSTINA

## *LEMBAR PERSEMBAHAN*

*Assalamualaikum wr.wb.*

*Lembar ini saya persembahkan kepada orang-orang yang telah mendukung, memberi motivasi, arahan, bimbingan serta mendoakan saya selama saya menyelesaikan penelitian dan tugas skripsi ini, orang-orang itu adalah:*

*Papah dan Mamah, serta Kakak dan Adik. Terimakasih atas motivasi, doa dan dukungan yang tiada hentinya diberikan kepada saya sehingga akhirnya skripsi ini dapat selesai dengan baik.*

*Kedua dosen pembimbing saya, Ibu Yusmaniar dan Bapak Wisnu Ari Adi. Terimakasih atas bimbingan, arahan, motivasi, dan solusi yang selalu diberikan kepada saya ketika penelitian yang saya lakukan tidak berhasil atau menemui titik buntu.*

*Teman-teman Kimia 2013 terutama April, Sari, Tuti, dan Cynthia. Terimakasih karena telah menemani saya selama kurang lebih empat tahun, saling membagi cerita, tawa, tangis dan saling menolong, juga selalu ada dikala susah maupun senang. Alhamdulillah kita dapat lulus bersama ditahun 2017 ini.*

*Ilham Alhakimi. Terimakasih karena selalu ada untuk saya disaat susah maupun senang selama hampir empat tahun, terimakasih atas bantuan, doa, dan motivasi yang selalu diberikan kepada saya sehingga saya dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini.*

*Terimakasih juga untuk almamater saya, Universitas Negeri Jakarta.*

*Best Regards*

*Ines Bella Agustina*

## ABSTRAK

**INES BELLA AGUSTINA.** Sintesis dan Karakterisasi Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Berbahan Dasar Sekam Padi sebagai Material Penyerap Gelombang Mikro. Dibawah Bimbingan YUSMANIAR, WISNU ARI ADI.

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis komposit UPR (*Unsaturated Polyester Resin*)/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berbahan dasar sekam padi sebagai material penyerap gelombang mikro. Pada penelitian ini material silika yang dihasilkan disintesis menggunakan metode sol-gel dari sekam padi. Sedangkan material magnetit disintesis menggunakan metode kopresipitasi antara FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dengan larutan alkali NaOH. Kedua material ini kemudian digabungkan menjadi satu material tunggal yang disebut sebagai *core-shell* dimana silika (SiO<sub>2</sub>) sebagai *core* (bagian inti/dalam) dan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sebagai *shell* (bagian luar/pelapis). Pengujian dilakukan dengan membuat komposit dan mengkomposisikan *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai *filler* pada matriks UPR menggunakan perbandingan tertentu. Komposit dengan berbagai perbandingan kemudian diuji serapan gelombang mikro menggunakan VNA (*Vector Network Analyzer*) pada frekuensi 8 GHz - 12 GHz. Hasil pengujian membuktikan bahwa material UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan komposisi komposit 80%:20% dapat menyerap gelombang mikro pada frekuensi 11 GHz dengan besar serapan mencapai -30,941 dB.

**Kata kunci.** Silika, Magnetit, Sol-Gel, Kopresipitasi.

## ABSTRACT

**INES BELLA AGUSTINA.** Synthesis and Characterization of UPR/Core-Shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  Composites from Rice Husk as Microwave Absorption Materials. Under YUSMANIAR, WISNU ARI ADI Directions.

The purpose of this research is for synthesis UPR (Unsaturated Polyester Resin)/core-shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  composites from rice husk as microwave absorption materials. In this research silica material was synthesized by using sol-gel methods from rice husk and magnetite material was synthesized by using coprecipitation methods from  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  and  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  with NaOH solution. These two materials are then combined into one single material called core-shell where silica ( $\text{SiO}_2$ ) as core and magnetite ( $Fe_3O_4$ ) as shell. Then made a composite where core-shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  is the filler and UPR is the matrix and composite both using different composition. Composite with different composition next tested for electromagnetic microwave absorption using VNA (Vector Network Analyzer) at 8 GHz-12 GHz frequency. The result proved that UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  with 80%:20% composite composition was be able to absorb electromagnetic waves at 11 GHz frequency with absorption large range up to -30,941 dB.

**Key Words.** Silica, Magnetite, Sol-Gel, Coprecipitate.

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Komposit UPR/Core-Shell SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Berbahan Dasar Sekam Padi sebagai Material Penyerap Gelombang Mikro**”. Skripsi ini ditulis guna memenuhi syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini penulis mendapat bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada ibu Dr. Yusmaniar, M.Si selaku dosen pembimbing I dan Ketua Program Studi Kimia serta bapak Dr. Wisnu Ari Adi, M.Si selaku dosen pembimbing II atas ilmu, arahan, dan bimbingannya dalam menyusun skripsi ini. Terimakasih pula penulis ucapkan kepada ibu Dr. Fera Kurniadewi, M.Si selaku Kepala Laboratorium Prodi Kimia Universitas Negeri Jakarta dan Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis secara akademik selama kuliah di Program Studi Kimia UNJ. Ungkapan terimakasih lainnya penulis sampaikan kepada teman-teman Kimia 2013 dan keluarga terutama orang tua penulis yang selalu memberikan doa, motivasi, serta dukungan tak terhingga kepada penulis.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari para pembaca. Akhir kata, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Jakarta, Agustus 2017

Ines Bella Agustina

## DAFTAR ISI

ABSTRAK .....	ii
ABSTRACT .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR TABEL .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	viii
DAFTAR LAMPIRAN .....	x
BAB I    PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Perumusan Masalah .....	3
C. Tujuan Penelitian .....	3
D. Manfaat Penelitian .....	3
BAB II    KAJIAN PUSTAKA .....	4
A. Silika .....	4
B. Gelombang Mikro .....	7
C. Sekam Padi .....	9
D. Metode Sol-Gel .....	11
E. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) .....	13
F. Metode Kopresipitasi .....	14
G. UPR ( <i>Unsaturated Poliester Resin</i> ) .....	15
H. FTIR ( <i>Fourier Transform Infra Red</i> ) .....	16
I. XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	18
J. SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	19
K. VNA ( <i>Vector Network Analyzer</i> ) .....	21
BAB III    METODOLOGI PENELITIAN .....	22
A. Tempat dan Waktu Penelitian .....	22
B. Metode Penelitian .....	32
C. Alat dan Bahan .....	22
D. Prosedur Percobaan .....	23
BAB IV    HASIL DAN PEMBAHASAN .....	26
A. Sintesis Material Silika dari Abu Sekam Padi .....	26
B. Sintesis dan Modifikasi <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	38
C. Sintesis Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	51
D. Uji Daya Serapan Maksimum Gelombang .....	56
BAB V    KESIMPULAN DAN SARAN .....	58

A. Kesimpulan .....	58
B. Saran .....	58
DAFTAR PUSTAKA .....	59
LAMPIRAN .....	64

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat Fisik Material Silika .....	7
Tabel 2. Jenis-Jenis Gelombang Mikro.....	8
Tabel 3. Komposisi Kimia Sekam Padi .....	10
Tabel 4. Kandungan Unsur Abu Sekam Padi (ASP) .....	28
Tabel 5. Perbandingan Data Spektrum IR Material Silika Hasil Sintesis dengan Referensi .....	36
Tabel 6. Kandungan Unsur Material Silika Hasil Sintesis .....	37
Tabel 7. Parameter Struktur Magnetit Hasil Sintesis Berdasarkan Software GSAS .....	42
Tabel 8. Parameter Struktur <i>Core-shell</i> $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ Hasil Sintesis Berdasarkan Software GSAS .....	47
Tabel 9. Kandungan Unsur <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .....	51
Tabel 10. Komposisi Penyusun Komposit <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .....	52
Tabel 11. Kandungan Unsur Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .....	55

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kristal dan Amorf Material Silika .....	4
Gambar 2. Silika Gel .....	5
Gambar 3. Susunan Material Silika .....	6
Gambar 4. Rangka Silika .....	6
Gambar 5. Kristal Silika .....	6
Gambar 6. Spektrum Gelombang Elektromagnetik .....	8
Gambar 7. Medan Magnet dan Medan Elektrik Gelombang Elektromagnetik .....	9
Gambar 8. Sekam Padi .....	10
Gambar 9. Tahapan Pembentukan Sol-Gel .....	11
Gambar 10. Diagram Proses Metode Sol-Gel.....	12
Gambar 11. Struktur Spinel dan Sel Unit Magnetit $Fe_3O_4$ .....	13
Gambar 12. Struktur Poliester Tak Jenuh .....	16
Gambar 13. Skema Alat FTIR .....	17
Gambar 14. Spektrum IR Material Silika .....	17
Gambar 15. Spektrum IR Magnetit.....	17
Gambar 16. Spektrum IR UPR .....	18
Gambar 17. Lintasan Berkas Sinar X .....	18
Gambar 18. SEM dan Skemanya .....	20
Gambar 19. Hasil SEM <i>Core-Shell</i> $SiO_2@Fe_3O_4$ .....	20
Gambar 20. Transmisi (T) dan Refleksi (R) Koefisien pada VNA .....	21
Gambar 21. (a) Arang Sekam Padi Setelah di Ayak, (b) Abu Sekam Padi (ASP) Hasil Pembakaran .....	27
Gambar 22. Hasil Karakterisasi SEM Abu Sekam Padi (ASP) .....	28
Gambar 23. Hasil Karakterisasi EDX Abu Sekam Padi (ASP) .....	28
Gambar 24. Filtrat Hasil Penyaringan Larutan Natrium Silikat .....	30
Gambar 25. Mekanisme Reaksi Pembentukan Natrium Silikat .....	30
Gambar 26. Mekanisme Reaksi Pembentukan Ikatan Siloksan pada Proses Pembentukan Gel .....	31
Gambar 27. Proses Pembentukan Alkogel .....	32
Gambar 28. Natrium Silikat Sebelum dan Sesudah Mencapai pH 7 .....	32
Gambar 29. (a) Bubur Silika Gel ( <i>Slurry</i> ) Setelah Dicuci (b) Silika Xerogel .....	33
Gambar 30. Pola Difraksi Sinar X Material Silika .....	34
Gambar 31. Spektrum IR Material Silika Hasil Sintesis .....	35
Gambar 32. Hasil Karakterisasi SEM Material Silika Hasil Sintesis .....	36
Gambar 33. Diagram Hasil Karakterisasi EDX Material Silika Hasil Sintesis .....	37
Gambar 34. Proses Sintesis Magnetit .....	38

Gambar 35. Bubuk Magnetit Hasil Sintesis .....	40
Gambar 36. Pola Difraksi Sinar X Magnetit Hasil Sintesis .....	40
Gambar 37. Pola Difraksi Sinar X Magnetit Referensi .....	41
Gambar 38. Hasil Refinement Pola Difraksi Sinar X Sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	41
Gambar 39. Spektrum IR Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Hasil Sintesis .....	43
Gambar 40. Skema Proses Modifikasi <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	44
Gambar 41. Strategi Sintesis dan Modifikasi <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	45
Gambar 42. Pola Difraksi Sinar X dari <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ Hasil Sintesis .....	45
Gambar 43. Perbandingan Puncak Difraksi Sinar X Senyawa Magnetit dan <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	46
Gambar 44. Hasil Pengolahan Data XRD Sampel <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ dengan Software GSAS .....	47
Gambar 45. Pola Difraksi Sinar X <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ Referensi .....	47
Gambar 46. Spektrum IR <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ Hasil Sintesis .....	48
Gambar 47. Spektra IR Silika, Magnetit, dan <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	49
Gambar 48. Hasil Karakterisasi SEM <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	50
Gambar 49. Hasil Karakterisasi EDX <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	51
Gambar 50. Spektrum IR UPR ( <i>Unsaturated Polyester Resin</i> ) .....	53
Gambar 51. Spektrum IR Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	53
Gambar 52. Hasil Karakterisasi SEM Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	54
Gambar 53. Hasil Karakterisasi EDX Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	55
Gambar 54. Kurva <i>Reflection Loss</i> Komposit UPR/ <i>Core-Shell</i> $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	56

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Alir .....	64
------------------------------	----

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Teknologi penyerapan gelombang mikro merupakan salah satu teknologi yang perlu dikembangkan untuk mengontrol masalah yang ditimbulkan oleh *electromagnetic interference* (EMI). Teknologi ini telah melahirkan sebuah material baru dimana material ini bersifat meredam pantulan atau menyerap gelombang mikro, sehingga benda yang dilapisi oleh material penyerap gelombang mikro tidak terdeteksi oleh *Radio Detection and Ranging* (RADAR) (Syamsir dan Astuti, 2012). Diketahui bahwa sifat material penyerap gelombang mikro dapat digunakan untuk berbagai aplikasi bidang teknologi modern, seperti telekomunikasi, pesawat udara, kapal, pelapis anti gangguan elektromagnetik, militer, dan lainnya. Sifat penyerap gelombang mikro didesain khusus untuk memberikan perlindungan elektromagnetik dalam berbagai bidang aplikasi seperti yang telah disebutkan diatas (Xiang *et al.*, 2005; Grimes *et al.*, 2000).

Syarat material untuk dapat digunakan sebagai penyerap gelombang mikro adalah memiliki sifat permitivitas listrik dan permeabilitas magnetik. Permitivitas adalah ukuran efek material pada medan listrik dalam gelombang mikro. Diketahui bahwa material silika mempunyai sifat permitivitas listrik karena mengandung gugus aktif berupa silanol (-Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Sedangkan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) atau besi (II,III) oksida juga diketahui memiliki sifat permeabilitas magnetik. Permeabilitas adalah ukuran efek material pada komponen magnetik dari gelombang. Kedua komponen berkontribusi pada pengurangan panjang gelombang dalam materi. Selain itu, karena gelombang elektromagnetik digabungkan, kerugian dalam medan magnet maupun listrik akan melemahkan energi dalam gelombang, sehingga material yang mengandung sifat permitivitas listrik dan permeabilitas magnetik sangat baik digunakan sebagai penyerap gelombang mikro (Liu *et al.*, 2013).

Pada penelitian kali ini, akan digunakan material silika dari sekam padi dan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) sebagai bahan penyerap gelombang mikro yang lebih efisien dengan cara dibuat menjadi *core-shell*. Hasil yang diharapkan pada penelitian ini material silika akan terlapisi (*coating*) dengan magnetit sehingga dapat membentuk *core-shell* dimana material silika sebagai inti (*core*) dan magnetit sebagai pelapis (*shell*). Hal ini dapat dilakukan dengan cara modifikasi gugus permukaan pada material silika. Proses modifikasi adalah dengan mengubah gugus -Si-OH menjadi -Si-OM. Dimana M adalah beberapa spesies baik sederhana ataupun kompleks selain H. Modifikasi akan mempengaruhi secara signifikan terhadap proses adsorpsi. Menurut Jal *et al.*, (2004), berdasarkan jenis senyawa yang digunakan, modifikasi material silika dapat dibedakan

menjadi dua jenis, yaitu organofungsionalisasi jika zat pemodifikasinya adalah gugus organik dan anorganofungsionalisasi jika gugus yang terikat pada permukaan adalah senyawa organologam atau oksida logam. Penelitian ini akan memodifikasi gugus permukaan material silika dengan magnetit sehingga terjadi *crosslink* dan membentuk *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  sebagai material penyerap gelombang mikro yang lebih efisien.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Srivasta dan Sharma (2013) mengenai sintesis dan karakterisasi nanopartikel  $Fe_3O_4@n-SiO_2$  serta penggunaannya untuk menghilangkan logam Cr(VI) dari larutan. Berdasarkan penelitian mereka dihasilkan nanopartikel oksida besi ( $Fe_3O_4$ ) yang sebelumnya telah disintesis dengan metode kopresipitasi membungkus permukaan nanosilika. Pada hasil SEM terlihat nanopartikel magnetit ( $Fe_3O_4$ ) membungkus nanopartikel silika ( $SiO_2$ ). *Core-shell* nanopartikel  $Fe_3O_4@n-SiO_2$  telah berhasil digunakan untuk menghilangkan logam Cr(VI) dari larutan. Berdasarkan data yang tertera, semakin banyak penambahan *core-shell* nanopartikel  $Fe_3O_4@n-SiO_2$ , maka tingkat kemampuan penghilangan logam Cr(VI) semakin baik.

Pemilihan sekam padi sebagai penghasil material silika pada penelitian ini karena telah diketahui bahwa sekam padi mengandung material silika paling banyak dibandingkan dengan produk samping padi lainnya. Kandungan abu dalam sekam padi adalah sekitar 20% dan lebih dari 90% abu tersebut adalah silika. Sapei *et al.*, (2012) telah berhasil mensintesis material silika yang berasal dari sekam padi Kota Mojokerto dan menghasilkan kemurnian lebih dari 95%.

Telah banyak metode yang dilakukan untuk mensintesis sebuah material. Material silika dan magnetit dapat disintesis dengan menggunakan beberapa metode yaitu metode kopresipitasi, sol-gel, hidrotermal, dan lain-lain. Pada penelitian kali ini akan digunakan metode sol-gel sebagai penghasil material silika. Dipilihnya metode ini karena dapat berlangsung pada temperatur rendah, prosesnya relatif mudah dilakukan, menghasilkan produk dengan kemurnian dan kehomogenan yang tinggi, relatif murah dan silika yang dihasilkan tidak beracun (Andreas *et al.*, 2016). Sedangkan untuk sintesis magnetit digunakan metode kopresipitasi. Metode ini merupakan metode yang menggunakan peralatan relatif sederhana dan mudah namun tetap dapat menghasilkan partikel dalam orde mikrometer bahkan nanometer.

Penggunaan dan pemanfaatan material komposit dewasa ini semakin berkembang. Komposit adalah suatu jenis bahan baru hasil rekayasa yang terdiri dari dua atau lebih bahan dimana sifat masing-masing bahan berbeda satu sama lainnya baik itu sifat kimia maupun fisika dan tetap terpisah dalam hasil akhir bahan tersebut (bahan komposit). Komposit polimer komersil pada umumnya menggunakan resin termoset

sebagai matriks karena penggunaannya yang lebih cocok untuk bidang struktural. Diantara semua jenis resin termoset, jenis yang paling umum digunakan yaitu resin poliester tidak jenuh (*Unsaturated Polyester Resin*). Resin poliester dikenal sebagai resin yang paling sering digunakan untuk pembuatan komposit, karena harganya yang cukup murah, memiliki sifat fleksibel, mudah diproses dan dibentuk, serta memiliki sifat mekanik yang baik.

Bahan penyerap pada umumnya terdiri dari dua unsur, yaitu serat (*fiber*) sebagai pengisi dan bahan pengikat serat-serat tersebut yang disebut matriks. Pada penelitian ini akan digunakan UPR (*Unsaturated Polyester Resin*) sebagai matriks dan *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  sebagai *filler* lalu membentuk komposit. Komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  akan dibuat dalam berbagai konsentrasi untuk kemudian hasil yang diperoleh diuji serapan gelombang mikro menggunakan VNA (*Vector Network Analyzer*).

## **B. Perumusan Masalah**

Berdasarkan pembatasan masalah yang telah diuraikan, maka dapat disimpulkan masalah pada penelitian ini dirumuskan sebagai berikut:

“Bagaimana mensintesis komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  berbahan dasar sekam padi sebagai material penyerap gelombang mikro?”

## **C. Tujuan Penelitian**

Berdasarkan perumusan masalah yang telah diuraikan diatas, adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  berbahan dasar sekam padi sebagai material penyerap gelombang mikro.

## **D. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat :

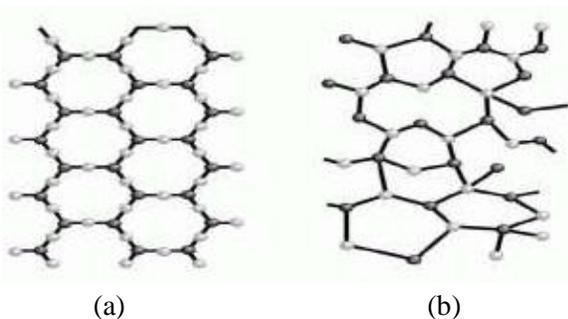
1. Memberi informasi mengenai sintesis material silika dari sekam padi dengan metode sol-gel.
2. Memberi informasi mengenai sintesis magnetit ( $Fe_3O_4$ ) menggunakan metode kopresipitasi.
3. Memberi informasi bagaimana mensintesis dan memodifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .
4. Memberi informasi pembuatan komposit UPR/*core shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .
5. Menentukan metode yang lebih mudah dan efisien untuk sintesis material penyerap gelombang mikro.
6. Membuat material penyerap gelombang mikro yang lebih efisien dan terbaharukan.

## BAB II

### KAJIAN PUSTAKA

#### A. Silika

Di alam, material silika ditemukan dalam beberapa bahan alam seperti pasir, kuarsa, gelas, sekam dan sebagainya. Material silika adalah salah satu padatan anorganik dimana mempunyai situs aktif berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) di permukaan serta sifat fisik seperti porositas, luas permukaan dan kestabilan mekanik (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). Material silika merupakan salah satu bahan kimia berstruktur amorf dan kristalin. Material silika bentuk amorf merupakan material silika yang terdiri atas globula – globula  $\text{SiO}_4$  tetrahedral yang tersusun secara acak dan membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar (Oscik, 1982). Sedangkan material silika kristalin memiliki keteraturan yang sempurna. Pada temperatur tinggi dan waktu yang lama material silika amorf dengan sendirinya akan menjadi padatan kristalin.



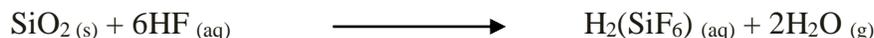
**Gambar 1.** Struktur Kristal dan Amorf dari Material Silika (Handoyono, 1996)

Nama material silika menurut IUPAC adalah silikon dioksida dengan rumus molekul  $\text{SiO}_2$ . Sedangkan nama lain dari material silika adalah kuarsa, silikat dioksida, dan silikon (IV) oksida. Material silika mempunyai massa molar sebesar  $60,08 \text{ g mol}^{-1}$ , tidak larut dalam air dingin, air panas maupun alkohol, tetapi larut dalam HF. Material silika mempunyai titik leleh sebesar  $1610 \text{ }^\circ\text{C}$  dan titik didih  $2230 \text{ }^\circ\text{C}$  (Handoyono, 1996).

Material silika bersifat inert terhadap halogen kecuali flourin dan juga inert terhadap semua asam kecuali HF, karena reaksi dengan HF akan menghasilkan asam silikon heksafluorid. Persamaan reaksinya:



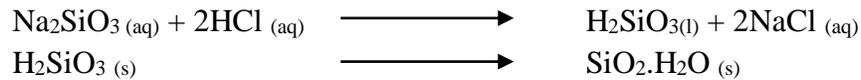
Dalam asam berlebih reaksinya adalah:



Silika juga dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali:

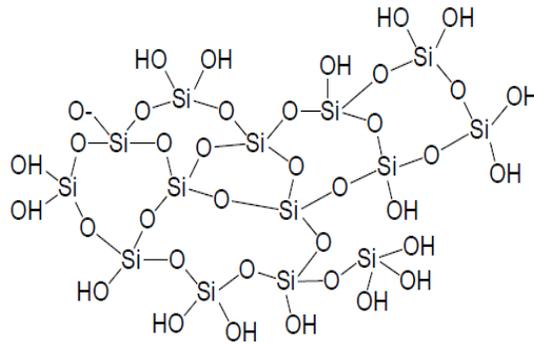


Material silika dibuat dengan mencampurkan larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Hasil dari reaksi ini adalah suatu dispersi pekat yang akhirnya akan memisahkan partikel dari silika terhidrat yang dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat yang kemudian dikeringkan pada suhu tertentu sehingga nantinya akan membentuk silika gel. Persamaan reaksinya:

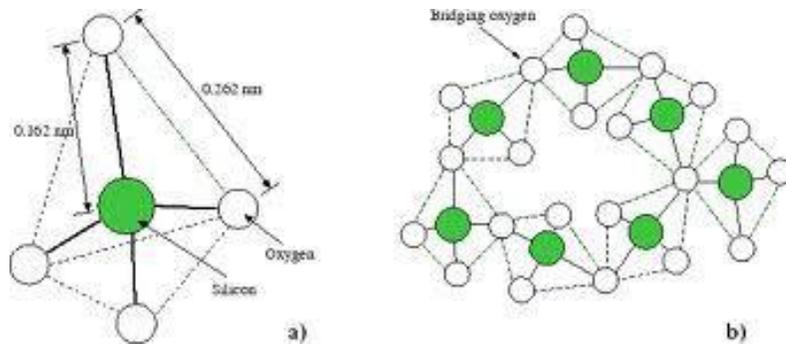


**Gambar 2.** Silika Gel (Hadi, 2012)

Kelebihan yang dimiliki material silika antara lain adalah tidak terbakar, dapat disintesis melalui proses sol-gel dengan melakukan kondensasi larutan natrium silikat dalam suasana asam, serta regenerasi pada suhu rendah (100-200 °C). Selain kelebihan yang telah disebutkan, material silika juga mempunyai beberapa kelemahan. Penggunaan material silika sebagai adsorben telah banyak digunakan, dan dapat juga digunakan untuk menyerap ion-ion logam dengan prinsip pertukaran ion, namun kemampuannya untuk menyerap logam terbatas. Diketahui material silika jenis situs aktif hanya berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Gugus silanol mempunyai sifat keasaman yang rendah, dan mempunyai oksigen dimana sebagai atom donor yang sifatnya lemah. Pada dasarnya, satuan mineral silika mengandung kation  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion dari  $\text{O}^{2-}$ . Namun demikian, susunan tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada material silika tidak beraturan (Oscik, 1982).

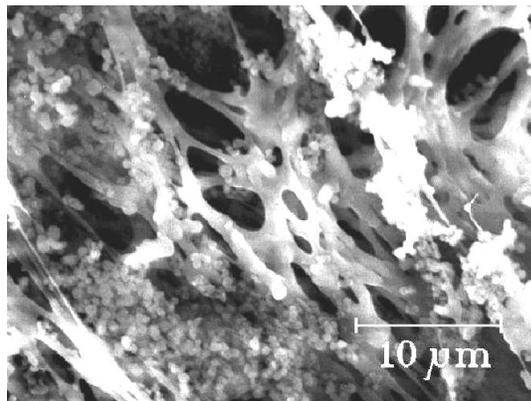


**Gambar 3.** Susunan Material Silika (Oscik, 1982)



**Gambar 4.** Rangka Silika (Merdekani, 2013)

Material silika biasanya banyak ditemukan dalam bentuk plastis atau pasta putih yang berubah menjadi bubuk putih dimana sifatnya akan jauh lebih keras setelah dilakukan proses pengeringan. Di alam, kristal silika juga biasanya berbentuk struktur mikro yang besar atau lembar yang sangat tipis seperti kristal dalam sistem monoklinik.



**Gambar 5.** Kristal Silika (Merdekani, 2013)

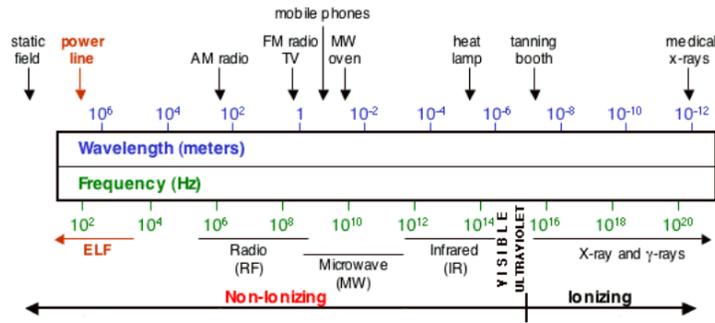
**Tabel 1.** Sifat Fisik Material Silika (Accuratus, 2013)

<b>Sifat Mekanik</b>	<b>Satuan Ukur</b>	<b>SI/Metrik</b>	<b>Imperial</b>
Densitas	gm/cc (lb/ft <sup>3</sup> )	2,2	137,4
Porositas	% (%)	0	0
Warna	-	Tidak Berwarna	-
Kelenturan	MPa (lb/in <sup>3</sup> x 10 <sup>3</sup> )	-	-
Elastisitas	GPa (lb/in <sup>3</sup> x 10 <sup>6</sup> )	73	10,6
Ukuran	GPa (lb/in <sup>3</sup> x 10 <sup>6</sup> )	41	6
Rasio Keracunan	-	0,17	0,17
Kekuatan Tekan	MPa (lb/in <sup>3</sup> x 10 <sup>3</sup> )	1108	160,7
Kekerasan	kg/mm <sup>2</sup>	600	-
Kekuatan	MPa·mm <sup>1/2</sup>	-	-
Batas Suhu yang Diperbolehkan	°C (°F)	1100	2000
<b>Sifat Termal</b>			
Konduktifitas Termal	W/m·°K (BTU·in/ft <sup>2</sup> ·hr·°F)	1,38	9,6
Koefisien Ekspansi Termal	10 <sup>-6</sup> /°C (10 <sup>-6</sup> /°F)	0,55	31
Spesifik Panas	J/Kg·°K (Btu/lb·°F)	740	0,18
<b>Sifat Dielektrik</b>			
Kemampuan Dielektrik	ac-kv/mm (volts/mil)	30	750
Konstanta Dielektrik	@ 1 MHz	3,82	3,82
Volume Resistivitas	ohm·cm	>10 <sup>10</sup>	-

## B. Gelombang Mikro

Penyerap gelombang mikro atau *adsorbent microwave* secara konvensional telah banyak digunakan untuk memberikan perlindungan elektromagnetik dan sebagai penyerap dalam bidang aplikasi seperti pesawat terbang, kapal, dan bidang telekomunikasi (Xiang *et al.*, 2005; Grimes *et al.*, 2000). Gelombang mikro merupakan suatu radiasi elektromagnetik yang mempunyai batas frekuensi 300 MHz hingga 300 GHz. Radiasi elektromagnetik berbentuk gelombang elektromagnetik, yaitu gelombang yang tidak membutuhkan medium dalam perambatannya. Gelombang mikro adalah suatu gelombang elektromagnetik sama seperti gelombang cahaya, tetapi energi gelombang ini tidak dapat dilihat dengan mata karena panjang gelombangnya jauh lebih besar dari panjang gelombang cahaya (di luar spektrum sinar cahaya

tampak). Meskipun begitu, keduanya sama-sama berada dalam spektrum gelombang elektromagnetik. Cahaya mempunyai panjang gelombang elektromagnetik sekitar 400-700 nm ( $1\text{nm} = 10^{-9}\text{ m}$ ). Sedangkan untuk gelombang mikro adalah sebesar 1-30 cm ( $1\text{cm} = 10^{-2}\text{ m}$ ) (Ritonga *et al.*, 2015).



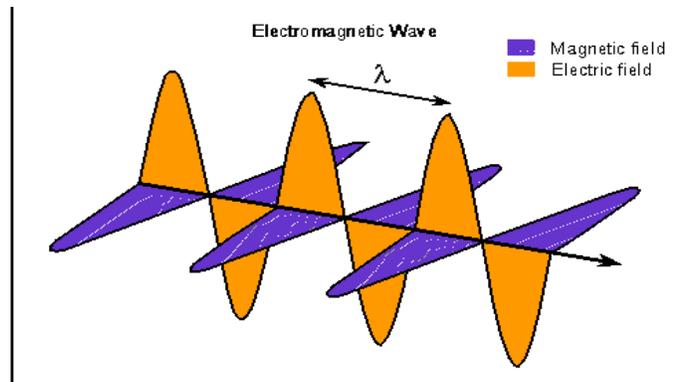
**Gambar 6.** Spektrum Gelombang Elektromagnetik (Ibrahim *et al.*, 2012)

Selain gelombang mikro, beberapa jenis radiasi elektromagnetik adalah gelombang radio, radiasi inframerah, sinar X, dan sinar Y. Seluruh radiasi tersebut memiliki persamaan, yaitu sama-sama membentuk spektrum elektromagnetik yang bergerak dengan kecepatan cahaya. Namun yang membedakannya adalah pada panjang gelombangnya. Panjang gelombang merupakan suatu jarak yang ditempuh sebuah gelombang untuk membentuk sebuah siklus yang sempurna. Panjang gelombang terkait dengan jumlah energi yang dibawa oleh gelombang. Gelombang mikro merupakan sistem pelaksanaan hubungan komunikasi dengan pemancar radio yang menggunakan gelombang-gelombang yang pendek (mikro). Gelombang mikro ini bergerak dalam satu arah garis lurus (*one point line-of-sight*) dan mempunyai panjang gelombang yang lebih pendek dibandingkan dengan sistem radio komunikasi biasa (Grant *et al.*, 2008).

**Tabel 2.** Jenis-Jenis Gelombang Mikro (Skolnik, 1981)

Jenis Gelombang	Frekuensi (GHz)
L	1-2
S	2-4
C	4-8
X	8-12
K <sub>u</sub>	12-18
K	18-26
K <sub>a</sub>	26-40

Pada penelitian kali ini, material penyerap gelombang mikro yang telah disintesis akan diuji pada rentang frekuensi 8 GHz-12 GHz (*X-band*). Penggunaan frekuensi ini karena material yang disintesis akan diaplikasikan pada peralatan yang berinteraksi langsung dengan gelombang mikro seperti alat elektronik, pelacak (GPS), dan RADAR.



**Gambar 7.** Medan Magnet dan Medan Elektrik Sebuah Gelombang Elektromagnetik (Chandra, 2011)

Material penyerap gelombang mikro pada umumnya terdiri dari suatu bahan penyerap yang diletakkan dalam sebuah matriks. Komponen dalam matriks disebut juga sebagai *filler*, dimana harus memiliki faktor yang disesuaikan dengan ciri dari gelombang mikro yaitu komponen yang memiliki sifat magnetik dan elektrik (Gambar 7). Pemakaian matriks biasanya digunakan berdasarkan dari sifat matriks yang mempunyai ketahanan terhadap cuaca dan suhu ekstrim. Bahan penyerap gelombang mikro (MAM, *Microwave Adsorber Materials*) memiliki rentang frekuensi yang lebar, densitas rendah, ringan, mudah desain, ekonomis, dan stabil terhadap pengaruh lingkungan. Karakteristik penyerapan gelombang elektromagnetik dapat dipengaruhi oleh beberapa hal diantaranya permeabilitas, permitivitas, resistivitas, konduktivitas, frekuensi serta tebal lapisan.

### C. Sekam Padi

Indonesia memiliki sawah seluas 12,84 juta hektar yang menghasilkan padi sebanyak 65,75 juta ton. Sedangkan limbah sekam padi yang dihasilkan sebanyak 8,2 sampai 10,9 ton. Potensi limbah yang besar ini hanya sedikit yang baru dioptimalkan. Secara tradisional, sekam padi biasanya hanya digunakan sebagai bahan bakar konvensional. Sekam padi merupakan bagian pelindung terluar dari padi (*Oryza*

*sativa*). Biasanya dari proses penggilingan padi dapat diperoleh sekam sekitar 20-30%, dedak antara 8-12% dan beras giling antara 50-63,5% data bobot awal gabah (Patabang, 2012).



**Gambar 8.** Sekam Padi (Rosyidi, 2013)

Serat alami memiliki beberapa keuntungan dibandingkan dengan serat sintetis, seperti berat nya lebih ringan, dapat diolah secara alami, ramah lingkungan, merupakan bahan terbaharukan, mempunyai kekuatan dan kekakuan yang relatif tinggi serta tidak menyebabkan iritasi kulit. Selain itu, kualitas sekam padi alami dapat divariasikan dan mempunyai stabilitas panas yang rendah. Sekam padi adalah sisa dari proses penggilingan padi. Sekam padi merupakan bagian terluar yang keras dari butir padi yang terdiri dari atas lapisan *lemma* dan *pellea*. Sifat kekerasan pada sekam padi ini disebabkan oleh tingginya kandungan silika yang terdapat didalamnya. Sekam diketahui mengandung beberapa unsur kimia penting seperti dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Komposisi Kimia Sekam Padi (Soeswanto dan Lintang, 2011)

<b>Komponen</b>	<b>Presentase %</b>
Silika (SiO <sub>2</sub> )	94,4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,61
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,03
CaO	0,83
MgO	1,21
Na <sub>2</sub> O	0,77
K <sub>2</sub> O	1,06

Material silika adalah salah satu potensi yang dapat dikembangkan dari sekam padi, dimana kandungannya dapat mencapai 94% dari abu sekam padi (Kamath dan Proctor, 1998). Penggunaan material silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, sintesis zeolit sebagai katalis, berbagai jenis komposit organik-anorganik, sebagai fasa diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (*filler*) polimer bahkan sebagai polimer, serta adsorben. Sekam padi memiliki kandungan abu yang tinggi, serta memiliki kandungan karbon yang juga cukup tinggi (Nurhasni *et al.*, 2014).

Pada penelitian sebelumnya, Sapei (2012) telah berhasil mensintesis material silika yang berasal dari sekam padi Kota Mojokerto dan menghasilkan kemurnian lebih dari 95%. Dilihat berdasarkan data tersebut, maka dapat disimpulkan bahwa sekam padi mempunyai potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber material silika.

#### **D. Metode Sol-Gel**

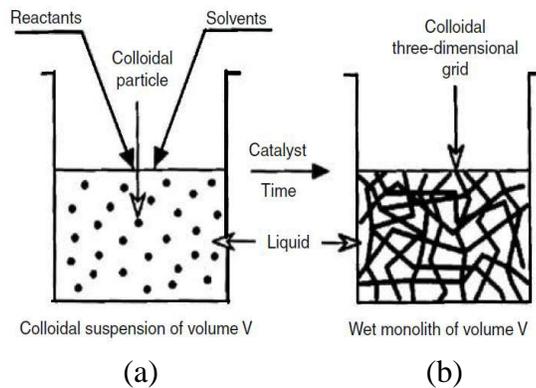
Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan untuk menghasilkan sintesis suatu material. Metode sol-gel adalah metode yang menggunakan proses kimia dengan dimulai dari bentuk ion yang lebih besar (*bulk*) lalu ditambah dengan pereaksi kimia sampai ion yang dihasilkan berukuran mikro bahkan nano. Kemudian mengalami perubahan fase yaitu dari fase solid (sebuk) akan berubah menjadi fase *sol* lalu menjadi *gel*. Prinsip metode sol-gel adalah prekursor molekular akan dirubah menjadi partikel berukuran mikro untuk kemudian membentuk suspensi koloid atau *sol*. Suspensi koloid ini kemudian berikatan satu dengan yang lain melalui proses polimerisasi untuk membentuk *gel*. Kemudian gel dikeringkan dan dikalsinasi agar menghasilkan bubuk. Tujuan dilakukannya kalsinasi adalah untuk menghilangkan atau mengurangi kadar air, pengotor dan sisa senyawa prekursor yang tidak dapat hilang pada suhu rendah. Kalsinasi akan menyebabkan terbentuknya agregat partikel, dimana penggerusan dari agregat yang besar tersebut diperoleh serbuk yang baik (Siregar, 2015).

Polimerisasi sol – gel terjadi dalam tiga tahap:

1. Polimerisasi monomer – monomer membentuk partikel.
2. Penumbuhan partikel.
3. Pengikatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, untuk mengental menjadi suatu gel, seperti ditunjukkan pada Gambar 9.

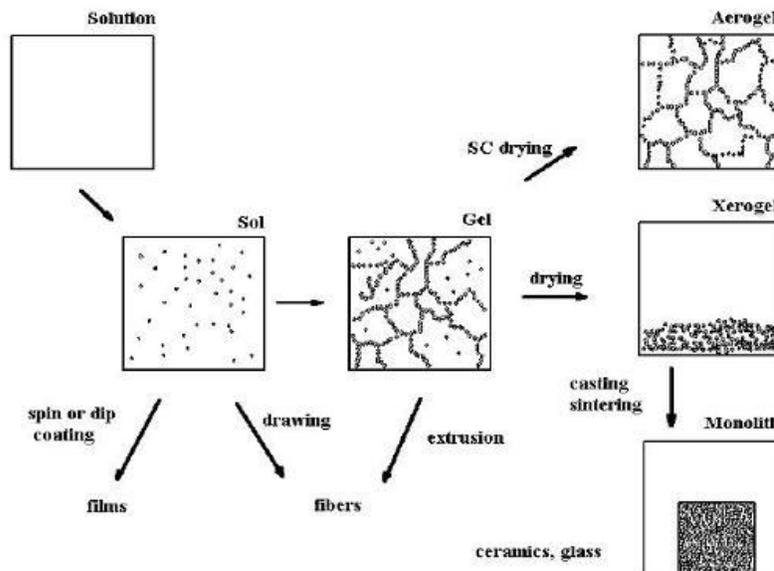
Metode sol-gel dipilih untuk mensintesis material silika karena memiliki beberapa keuntungan yaitu dapat diaplikasikan pada berbagai material/bersifat serbaguna (*versatile*), kehomogenan yang bagus dari campuran, ukuran partikel seragam, tidak menghasilkan gumpalan-gumpalan besar (*non-agglomerate*), prosesnya relatif mudah,

kemurnian lebih baik, hemat energi, pencemaran rendah, dan partikel yang dihasilkan dapat memiliki kristalinitas tinggi (Duhan dan Devi, 2010). Tetapi metode sol-gel juga memiliki beberapa kelemahan yaitu proses material cukup mahal, residu butir-butir halus, residu hidroksil, dan memakan waktu proses yang cukup lama (Widodo, 2010).



**Gambar 9.** (a) Tahapan Pembentukan Sol dan (b) Tahapan Pembentukan Gel (Widodo, 2010)

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mensintesis material silika menggunakan metode sol-gel. Nopianingsih *et al.*, (2015), telah berhasil mensintesis material silika dari abu sekam padi dengan menggunakan metode sol-gel. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan sudah terbentuk silika dengan adanya gugus Si-O-Si, Si-O, dan Si-OH pada bilangan gelombang  $\pm 1087,85\text{cm}^{-1}$ ,  $\pm 952,84\text{cm}^{-1}$ , dan  $\pm 3361,93\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gugus utama silika gel.



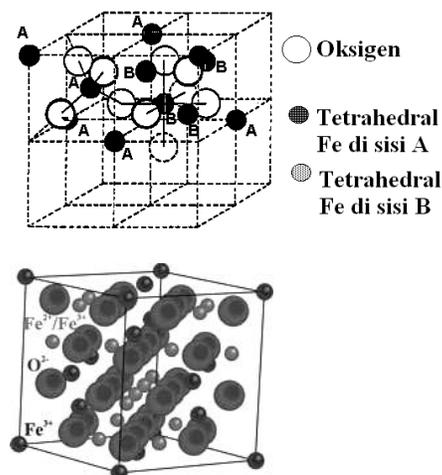
**Gambar 10.** Diagram Proses Metode Sol-Gel (Brinker dan Scherer, 1990)

### E. Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) merupakan salah satu oksida besi selain maghemit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang menunjukkan kemagnetan paling kuat di antara oksida-oksida besi yang lain sehingga banyak dimanfaatkan di berbagai bidang (Teja & Koh, 2009). Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) mengandung *ferrous* atau FeO (sebagai oksidator) dan *ferric* atau Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (sebagai reduktor), dan seringkali disebut sebagai besi (II) (III) oksida. Berikut reaksi sintesis untuk magnetit:



Struktur magnetik pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terdiri dari dua magnetik sublatis (disebut A dan B) yang dipisahkan oleh oksigen. Pertukaran interaksi dimediasi oleh anion oksigen. Dimana ketika ini terjadi, interaksi tersebut disebut interaksi tidak langsung atau *superexchange* (Moskowitz, 1990). Gambar dibawah menunjukkan sel unit dan struktur spinel dari magnetit dimana dapat dilihat struktur tetrahedral: ion Fe dikelilingi oleh empat ion oksigen. Sedangkan struktur oktahedral: ion Fe dikelilingi oleh enam ion oksigen.



**Gambar 11.** Struktur Spinel dan Sel Unit dari Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (Blaney, 2007)

Dipilihnya magnetit sebagai salah satu material penyerap adalah karena merupakan salah satu fase dari oksida besi yang bersifat amfoter dan memiliki daya serap tinggi. Selain itu, syarat pembuatan suatu material penyerap gelombang adalah memiliki sifat permeabilitas magnetik, dimana sifat ini dimiliki oleh Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Kelebihan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> lainnya adalah dapat dipisahkan dari media dengan proses magnetik yang sederhana, efisien, ekonomis dan tidak beracun. Pada penelitian ini, magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) akan dimanfaatkan sebagai material penyerap gelombang dengan cara dibuat menjadi *core-shell* dengan silika.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan sintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai bahan penyerap magnetik pada gelombang mikro dimana PANi sebagai matriks, dan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai *filler*. PANi disintesis menggunakan metode polimerisasi oksidasi secara kimia, dan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis dengan cara menyisipkan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kedalam matriks PANi melalui pencampuran secara mekanik. Hasil pengujian VNA menunjukkan nilai *Reflection Loss* maksimum terjadi pada sampel dengan berat 0.2 gram yaitu sebesar -53,7 dB. Hasil negatif pada *Reflection Loss* menunjukkan bahwa material tersebut mampu menyerap gelombang mikro. Semakin besar nilai negatif *Reflection Loss* maka semakin besar daya serap bahan terhadap gelombang mikro (Linda dan Astuti, 2012).

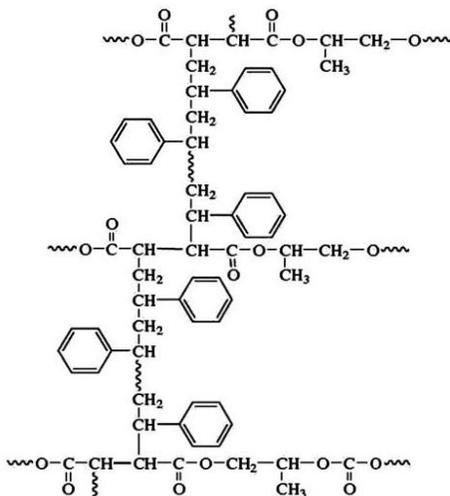
#### **F. Metode Kopresipitasi**

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mensintesis magnetit. Kopresipitasi adalah suatu proses kimia yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk mikropartikel. Mekanisme kerja metode kopresipitasi diawali dengan adanya zat terlarut yang mengendap sehingga akan menghasilkan endapan yang diinginkan. Pengendapan terjadi akibat adanya pembentukan kristal campuran. Selain itu endapan yang terbentuk dapat pula disebabkan oleh adanya adsorpsi (penyerapan) antara ion-ion selama proses pengendapan berlangsung. Kemudian ketika endapan sudah terbentuk, langkah selanjutnya adalah meningkatkan kemurnian dari endapan dengan cara menyaring endapan, melarutkannya kembali dan mengendapkan lagi secara berulang – ulang. Tujuannya adalah agar terjadi dekomposisi ion – ion yang terikat oleh larutan pengikat. Sedangkan ion – ion yang tidak terikat oleh larutan pengikat akan bereaksi dan membentuk produk/ hasil reaksi. Endapan yang akan dihasilkan memiliki banyak partikel berukuran sangat kecil (Fernandez, 2011).

Metode ini telah banyak digunakan karena menggunakan peralatan yang relatif sederhana dan mudah namun tetap dapat menghasilkan partikel dalam orde mikro hingga nanometer. Selain itu, metode ini menggunakan energi yang sangat rendah dan dapat menghasilkan partikel lebih kecil dari 100 nm. Namun metode ini memiliki kelemahan, yaitu kelarutan dari sampel yang ada harus sama agar sama-sama mengendap. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah (kurang dari 100 °C) dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat.

Beberapa penelitian mengenai sintesis magnetit menggunakan metode kopresipitasi telah dilakukan. Zou *et al.*, (2014) telah berhasil mensintesis magnetit dengan





(b) Poliester Tak Jenuh yang Mengalami *Cross Link* dengan Stiren

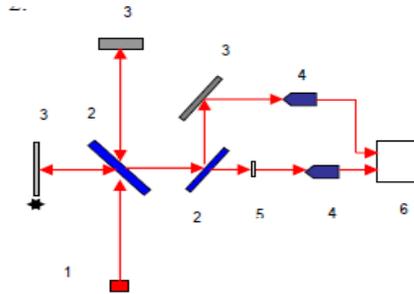
**Gambar 12.** Struktur Poliester Tak Jenuh (Dholakiya *et al.*, 2012)

Poliester berasal dari reaksi kimia asam dibasa yang bereaksi secara kondensasi dengan alkohol dihidrat. Karena asam tak jenuh digunakan dengan berbagai cara sebagai bagian dari asam dibasa, yang menyebabkan terdapatnya ikatan tak jenuh dalam rantai utama dari polimer yang dihasilkan, maka disebut poliester tak jenuh. (Saragih, 2014). Kemudian Poliester dilarutkan dalam monomer reaktif seperti stiren untuk menghasilkan cairan dengan viskositas rendah. Ketika mengering, monomer bereaksi dengan ikatan tak jenuh pada poliester dan berubah menjadi struktur termoset padat.

## H. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

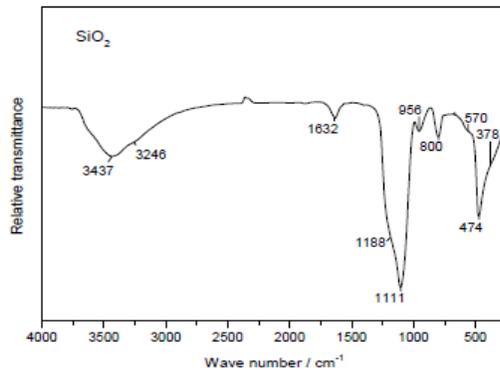
Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier atau FTIR merupakan suatu teknik pengukuran spektrum berdasarkan pada respon dari radiasi elektromagnetik. FTIR digunakan terutama untuk analisis kualitatif dan kuantitatif suatu senyawa organik, dan dapat pula digunakan untuk penentuan struktur molekul suatu senyawa anorganik. FTIR juga digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan senyawa yang terkandung dalam sampel.

Prinsip kerja FTIR adalah mengenali komponen dalam suatu senyawa, setiap kelompok komponen dideteksi dalam panjang gelombang dan nilai absorbansi yang berbeda (Astuti *et al.*, 2014). Pada penyerapan radiasi gelombang elektromagnetik suatu senyawa menyerap radiasi dengan panjang gelombang tertentu tergantung pada struktur senyawa tersebut.

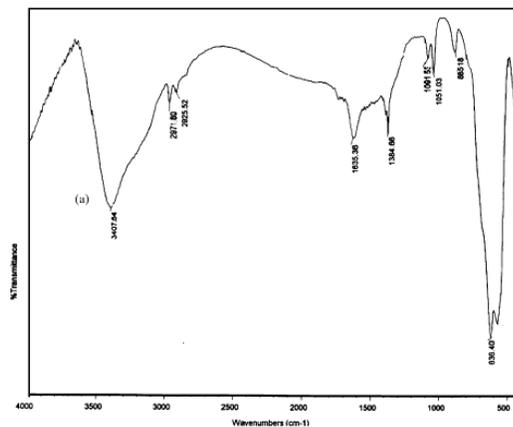


**Gambar 13.** Skema Alat Spektroskopi FTIR: (1) Sumber Inframerah (2) Pembagi Berkas (*Beam Splitter*) (3) Kaca Pemantul (4) Sensor Inframerah (5) Sampel (6) Display (Anam *et al.*, 2007)

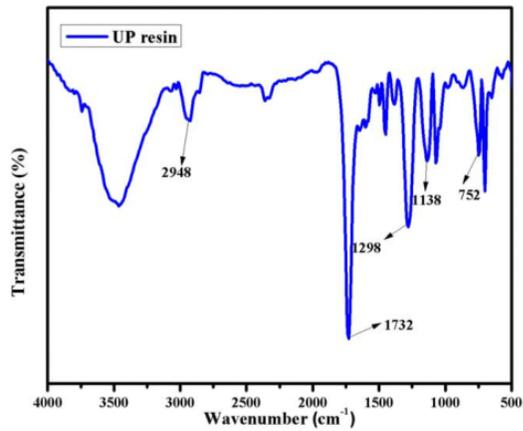
Metode spektroskopi yang digunakan merupakan metode absorpsi, yaitu metode yang didasarkan pada perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi dengan dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan momen dipol selama bervibrasi.



**Gambar 14.** Spektrum IR Material Silika (Music *et al.*, 2011)



**Gambar 15.** Spektrum IR Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Ma *et al.*, 2003)

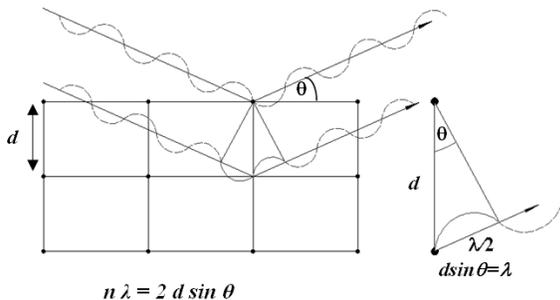


**Gambar 16.** Spektrum IR UPR (*Unsaturated Polyester Resin*) (Sethuraman *et al.*, 2015)

### I. XRD (*X-ray Diffraction*)

Teknik difraksi sinar X (XRD) merupakan metode analisa struktur kristal berdasarkan pada informasi puncak-puncak sudut hamburan maupun intensitasnya. Oleh karena setiap bahan berstruktur kristal tertentu, maka secara tidak langsung teknik difraksi sinar X dapat dimanfaatkan untuk analisa suatu unsur maupun senyawa. Teknik XRD dapat digunakan untuk analisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui, maka unsur tersebut dapat ditentukan.

Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis XRD dapat diketahui dimensi kisi ( $d$ =jarak antar kisi) dalam struktur mineral, sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan tinggi atau tidak (Susita dan Sujitno, 2008).



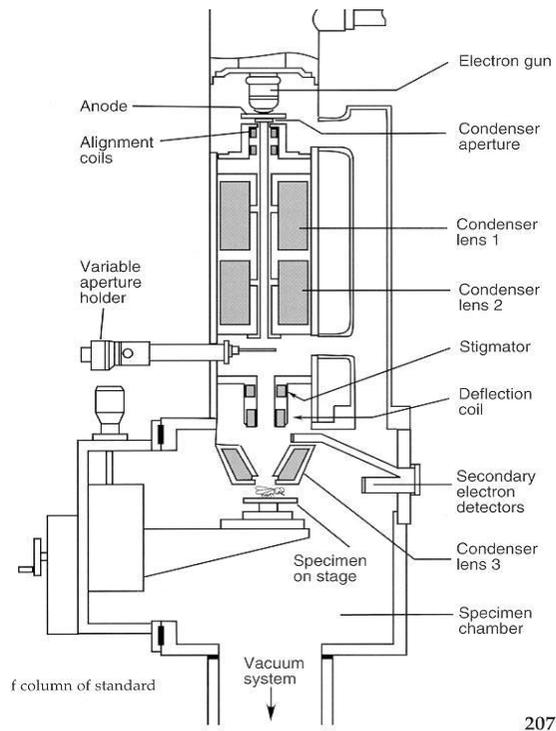
**Gambar 17.** Lintasan Berkas Sinar X yang Mengenai Kristal (Susita dan Sujitno, 2008)

Prinsip dasar XRD adalah pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hasil pengukurannya disebut sebagai pola difraksi sinar-X dari sampel. Analisis komputer dari posisi peak dan intensitas yang terkait dengan pola ini memungkinkan terjadinya analisis kualitatif. Analisis kualitatif dapat dilakukan berdasarkan tinggi peak atau luas puncak. Sudut dan profil peak dapat digunakan untuk menentukan diameter partikel dan derajat kristalinitas serta berguna dalam melakukan analisis X-ray pada struktur tertentu (Mukti, 2012) Keuntungan dari penggunaan alat ini adalah XRD merupakan alat yang mempunyai kesensitifan tinggi, tahan lama, persiapan sampel yang sederhana, sistem yang digunakan cukup mudah, operasional prosedur yang aman, cepat, resolusi yang baik, biaya perawatan yang murah, data yang muncul pun dapat dengan mudah digunakan untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Sedangkan kelemahan dari alat ini adalah *instrument* yang mahal karena digunakan untuk meneliti kadar kristalin, mengidentifikasi fase kristal, jarak antara bidang kisi, dan epitaksi pertumbuhan kristal (Chauhan dan Chauhan, 2014).

#### **J. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)**

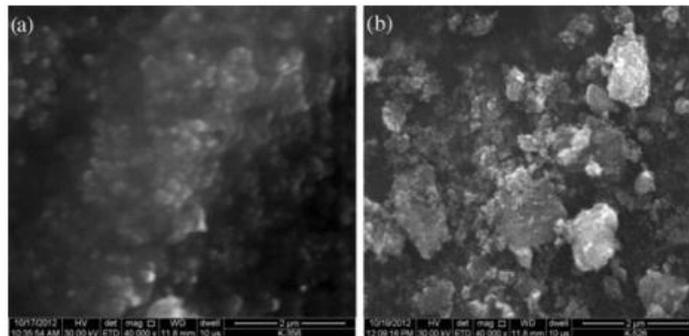
SEM merupakan mikroskop elektron yang dapat digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dalam skala mikro dan nano. Teknik analisis SEM menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya. SEM yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-ray* (EDX) dapat mengidentifikasi komposisi unsur-unsur yang terkandung pada sampel. SEM adalah salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran suatu permukaan sampel. Gambar topografi permukaan berupa tonjolan, lekukan dan ketebalan lapisan (Mulder, 1996).

Prinsip kerja dari alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipancarkan pada lensa kondensor, sebelum masuk pada lensa kondensor ada pengatur dari pancaran sinar elektron yang ditembakkan. Sinar yang melewati lensa kondensor diteruskan lensa objektif yang dapat diatur maju mundurnya. Sinar yang melewati lensa objektif diteruskan pada spesimen yang diatur miring pada pencekamnya, spesimen ini disinari oleh deteksi *x-ray* yang menghasilkan sebuah gambar yang kemudian diteruskan pada layar monitor (Respati, 2008).



207

**Gambar 18.** SEM dan Skemanya (Respati, 2008)



**Gambar 19.** Hasil SEM *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Srivatava dan Sharma, 2014)

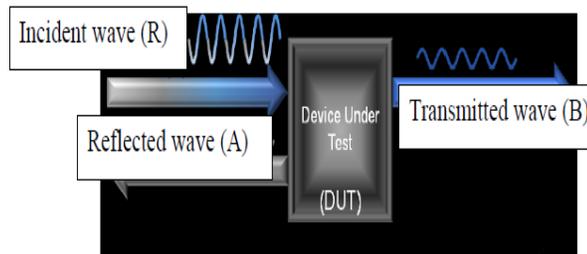
Beberapa keuntungan dari penggunaan alat SEM adalah dapat menghilangkan efek pergerakan elektron yang tidak beraturan karena adanya molekul gas pada lingkungan tersebut. Hal ini dapat mengakibatkan penurunan intensitas dan stabilitas. Selain itu, SEM dapat meminimalisasi gas yang dapat bereaksi dengan sampel atau mengendap pada sampel, baik gas yang berasal dari sampel atau pun mikroskop. Karena apabila hal tersebut terjadi, maka akan menurunkan kontras dan membuat gelap detail pada gambar. Sedangkan kelemahan penggunaan SEM adalah hanya dapat menganalisis

permukaan, untuk resolusi SEM lebih rendah dari TEM, dan sampel harus merupakan bahan yang bersifat konduktif, jika tidak konduktor maka perlu dilapisi logam seperti emas.

### K. VNA (*Vector Network Analyzer*)

*Vector Network Analyzer* (VNA) adalah alat untuk mengukur nilai serapan (*reflection loss*) dan transmisi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. VNA merupakan salah satu peralatan pengukur serbaguna yang digunakan khusus untuk pengukuran dua perangkat parameter S (Stepins *et al.*, 2014). *Network analyzer* digunakan untuk mengukur karakteristik linear frekuensi radio atau *reflection loss* (RF) dari komponen dan perangkat serta digunakan untuk mengukur gelombang elektromagnetik dengan frekuensi yang tinggi (Dermayu, 2012).

Energi RF (frekuensi kurang dari 3 GHz) atau *microwave* (frekuensi sekitar 3-30 GHz) dapat disamakan dengan gelombang cahaya. Energi pada sebuah perangkat dibawah pengujian (*Device Under Test*) (contohnya sebuah lensa), dikirimkan melalui sebuah perangkat (Gambar 20). Dengan mengukur rasio amplitudo dan perbedaan fasa antara dua gelombang memungkinkan untuk mengkarakterisasi refleksi (impedansi) dan transmisi dari perangkat.



**Gambar 20.** Koefisien Transmisi (T) dan Refleksi (R) (Dermayu, 2012)

Prinsip kerja dari alat ini adalah dengan melihat nilai koefisien refleksi ( $S_{11}$ ) dan koefisien transmisi ( $S_{21}$ ) yang diterima oleh material melalui probe adapter, selanjutnya data akan diolah sehingga mendapatkan kurva RL (*Reflection Loss*) sebagai fungsi frekuensi. Dengan demikian kita dapat mengetahui pada frekuensi berapakah material dapat menyerap gelombang yang dipancarkan oleh alat VNA. Keuntungan dari penggunaan VNA antara lain adalah murah, lebih fleksibel dibanding dengan alat analisis impedansi, serta dapat digunakan sebagai pengukuran parameter kapasitor dengan jangkauan yang lebih luas yaitu hingga puluhan GHz (Stepins *et al.*, 2014).

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada waktu dan tempat yaitu:

Waktu : Nopember 2016-Juni 2017.

Tempat : Laboratorium Penelitian Kimia FMIPA UNJ.

#### B. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen dengan tahapan meliputi:

1. Sintesis material silika dari abu sekam padi dan karakterisasi dengan XRD; FTIR; dan SEM-EDX.
2. Sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi dan karakterisasi dengan XRD dan FTIR.
3. Sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  serta karakterisasi dengan XRD; FTIR; dan SEM-EDX.
4. Membuat komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  dengan variasi konsentrasi dan karakterisasi menggunakan FTIR dan SEM-EDX.
5. Menguji daya serap gelombang komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  dengan *Vector Network Analyzer* (VNA).

#### C. Alat dan Bahan

##### 1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik (OHAUS explorer), alat-alat gelas (Pyrex) yaitu spatula, batang pengaduk, cawan arloji, gelas ukur 10 dan 100 mL, gelas kimia (mL) 100, 250, 500, dan 1000, erlenmeyer 250 mL, corong kaca, pipet gondok 10 mL, pipet tetes, labu alas bulat 500 mL, Buret 50 mL oven (memmert), Furnace (Thermolyne), kertas saring Whattman No.41, alat refluks lengkap (Pyrex), labu leher tiga 250 mL, *hotplate magnetic stirrer*, pH meter, ring, statif dan klem, serta alat karakterisasi yaitu FT-IR; XRD; SEM-EDX; TEM; dan VNA.

##### 2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi, air demineralisasi (aqua DM), HCl 6 M, NaOH 1 M, HCl 1 M, larutan perak nitrat 0.2 M,  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  99%,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99%, dan *Unsaturated Polyester Resin* (UPR).

#### D. Prosedur Percobaan

Prosedur kerja dalam penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, antara lain: sintesis material silika dari abu sekam padi dengan metode sol-gel, karakterisasi material silika, sintesis magnetit, karakterisasi magnetit, sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , karakterisasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , sintesis komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , dan karakterisasi komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .

##### 1. Sintesis Material Silika dari Abu Sekam Padi dengan Metode Sol-Gel

Pada penelitian ini, mensintesis material silika yang berasal dari abu sekam padi dilakukan dengan metode sol-gel. Untuk menghasilkan material silika diperlukan beberapa tahapan, yaitu sebagai berikut:

###### a) Pengabuan dan Pencucian Sekam Padi dengan Larutan Asam

Sekam padi yang sebelumnya telah dibakar menjadi arang dimasukkan kedalam Furnace untuk diabukan pada temperatur 500 °C selama 6 jam dengan menggunakan cawan pengabuan lalu dibiarkan sampai dingin. Abu sekam padi yang diperoleh kemudian ditimbang. Sebanyak 10 gram sampel abu sekam padi yang telah dibuat dimasukkan kedalam gelas kimia dan ditambahkan 60 mL aqua DM dilanjutkan dengan penambahan HCl 6 M dalam kondisi strirer hingga mencapai pH 1. Campuran larutan tersebut kemudian direfluks selama 2 jam lalu disaring dengan kertas saring Whattman No.41. Residu Abu Sekam Padi (ASP) hasil penyaringan selanjutnya dipisahkan dan dicuci dengan aqua DM hingga mencapai pH 7. Residu inilah yang akan digunakan untuk mengekstraksi silika gel.

###### b) Ekstraksi Silika Gel dengan Larutan Alkali

Pada tahap ini, residu Abu Sekam Padi (ASP) yang sebelumnya telah dicuci ditambahkan 60 mL larutan NaOH 1 M dan direfluks selama 1 jam untuk menghasilkan larutan natrium silikat. Setelah direfluks, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring Whattman No.41. Filtrat hasil penyaringan kemudian disimpan dalam wadah sedangkan bagian residu dicuci kembali dengan 100 mL aqua DM yang mendidih. Filtrat hasil pencucian residu kemudian disatukan dengan filtrat hasil penyaringan pertama lalu didinginkan dalam temperatur ruang. Setelah dingin, selanjutnya filtrat dititrasi dengan HCl 1 M sambil diaduk secara konstan hingga pH filtrat mencapai 7.

Ketika pH sudah mencapai 7, larutan tersebut akan berubah menjadi gel. Gel inilah yang disebut silika gel. Silika gel yang terbentuk harus didiamkan terlebih dahulu selama  $\pm 18$  jam dalam wadah yang kering dan juga bersih. Setelah didiamkan, silika gel dicuci dengan aqua DM agar gel yang terbentuk dapat terbebas dari unsur  $\text{Na}^+$  dan  $\text{Cl}^-$ . Pencucian dilakukan dengan mencampurkan gel dan aqua

DM dalam gelas kimia dan di stirer  $\pm 10$  menit. Setelah itu disaring dan diambil gelnya untuk dicuci kembali hingga terbebas dari ion  $\text{Cl}^-$ . Uji kualitatif ion  $\text{Cl}^-$  pada filtrat dapat diuji dengan 2-3 tetes larutan perak nitrat 0,2 M. Jika dalam filtrat terdapat endapan putih maka silika gel masih mengandung ion  $\text{Cl}^-$ . Ulangi penambahan aqua DM jika masih terdapat ion  $\text{Cl}^-$ .

Selanjutnya, silika gel di *sentrifuge* selama 15 menit pada 2500 rpm, bagian supernatan dibuang untuk membantu menghilangkan air dalam gel. Lalu gel dipindahkan ke dalam cawan penguap dan dikeringkan pada  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama  $\pm 4$  jam hingga gel menjadi bubuk. Bubuk silika gel lalu diletakkan dalam wadah tertutup dan ditimbang beratnya. Bubuk silika gel ini adalah silika murni.

## 2. Karakterisasi Material Silika

Silika yang sudah terbentuk selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM-EDX. XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa sampel, FTIR digunakan untuk menentukan gugus apa saja yang terdapat dalam sampel, SEM digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi pada sampel, dan EDX digunakan untuk menunjukkan komposisi unsur-unsur yang terkandung pada sampel.

## 3. Sintesis dan Modifikasi *Core-Shell* $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$

Pada tahap ini, material silika yang telah dibuat dimodifikasi dengan magnetit untuk dibuat menjadi *core-shell* guna meningkatkan kemampuan adsorpsi gelombang mikro. Pertama, akan dihasilkan larutan magnetit dengan metode kopresipitasi. Campurkan 2 M  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  1 mL dan 1 M  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  4 mL dengan perbandingan molar masing-masing 1:2 dalam kondisi distirrer dan dialirkan gas  $\text{N}_2$  selama  $\pm 15$  menit dengan suhu sebesar  $80\text{ }^\circ\text{C}$ . Setelah itu bubuk silika yang telah disintesis sebelumnya dimasukkan kedalam campuran larutan tersebut. Kemudian tambahkan secara perlahan  $\text{NaOH}$  1 M sebanyak 25 mL kedalam campuran larutan dan tetap dalam kondisi stirer. Stirer selama 2 jam.

Setelah distirrer selama 2 jam, akan terbentuk dua fasa, yaitu endapan dan filtrat *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . Endapan tersebut lalu dicuci menggunakan aqua DM hingga pH larutan netral. Setelah dicuci, endapan *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  dikeringkan pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

## 4. Karakterisasi *Core-Shell* $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$

Material *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  yang telah disintesis dan dimodifikasi kemudian dikarakterisasi fasa sampel menggunakan XRD, diidentifikasi gugus apa saja yang terdapat pada sampel dan melihat apakah sudah terbentuk *crosslink* antara

silika dengan magnetit menggunakan FTIR, lalu karakterisasi SEM untuk mengetahui bentuk morfologi sampel, dan EDX untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang terdapat pada permukaan sampel.

### **5. Sintesis Komposit UPR/Core-Shell SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

UPR yang masih berbentuk cairan dimasukkan ke dalam enam cetakan. Pada cetakan pertama, UPR tidak ditambahkan *filler core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan dijadikan sebagai pembanding. Pada cetakan kedua sampai keenam, dimasukkan UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa UPR:*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yaitu 90 wt%:10 wt%; 85 wt%: 5 wt%; 80 wt%:20 wt%; 75 wt%:25 wt%; dan 70 wt%:30 wt%. Selanjutnya ditambahkan beberapa tetes katalis dan diaduk secara perlahan sampai homogen. Kemudian didiamkan selama ± 48 jam pada suhu ruang hingga mengeras.

### **6. Karakterisasi Komposit UPR/Core-Shell SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

Komposit UPR/*core-shell* nanopartikel SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada komposit sehingga dapat membuktikan bahwa sudah terbentuk komposit. Karakterisasi lanjutan dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX guna mengetahui bentuk morfologi dan unsur-unsur yang terdapat pada permukaan komposit. Pengujian absorpsi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam menyerap gelombang mikro dilakukan dengan VNA pada rentang frekuensi 8-12 GHz kepada lima sampel yang telah dibuat. Selanjutnya ditentukan komposisi UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang menyerap gelombang mikro secara optimum.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Kajian hasil penelitian dibagi menjadi 4 sub bab, yaitu sub bab kajian sintesis material silika dari abu sekam padi dengan metode sol-gel, kajian sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , kajian sintesis komposit UPR/ *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , dan kajian uji daya serapan maksimum gelombang pada material komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .

Setiap sub bab kajian dipelajari dan dianalisa melalui hasil karakterisasi dari beberapa instrumen, seperti spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), SEM-*Electron Diffraction X-Rays* (SEM-EDX), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Vector Network Analyzer* (VNA). Pada penelitian ini, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam material silika, magnetit, *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , dan komposit antara matriks UPR dengan *filler core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . Sementara itu, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDX (*Electron Diffraction X-Rays*) digunakan untuk mengetahui gambar morfologi permukaan serta kandungan unsur yang terkandung dalam Abu Sekam Padi (ASP), material silika, *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , dan komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengetahui fasa silika, magnetit serta *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , dan terakhir penggunaan alat VNA (*Vector Network Analyzer*) untuk uji daya serap gelombang pada komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .

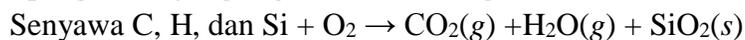
#### **A. Sintesis Material Silika dari Abu Sekam Padi**

Pada sub bab kajian ini, tujuan yang ingin dicapai adalah sintesis material silika dari abu sekam padi dengan metode Sol-Gel (Kalapathy *et al.*, 2000). Proses sintesis material silika dari abu sekam padi terdiri dari dua tahap, yaitu proses pengabuan dan sintesis material silika. Menurut Sholikha *et al.*, (2010), proses sintesis material silika meliputi empat proses, yaitu pencucian abu sekam padi menggunakan larutan asam, pembentukan natrium silikat hasil reaksi silika dalam abu sekam padi dengan alkali yang mengandung natrium melalui proses peleburan pada temperatur tinggi atau sedang, reaksi pembentukan hidrosol hasil reaksi natrium silikat dengan asam, dan reaksi pembentukan silika hidrogel dan pemanasan silika hidrogel menjadi xerogel (silika gel kering). Dimana tiap proses tersebut akan dibahas secara terperinci dibawah ini:

## 1. Proses pengabuan arang sekam padi

Tahap ini dimulai dengan mengabukan arang sekam padi yang berasal dari Kerawang, Jawa Barat dengan alat Furnace pada suhu 500 °C selama 6 jam (Gambar 21.a). Pengabuan selama 6 jam ini bertujuan untuk menyempurnakan proses pembakaran arang sekam padi yang digunakan untuk sintesis material silika sehingga hanya terdapat kandungan senyawa silika dan senyawa-senyawa pengotor anorganik lainnya yang dalam penelitian ini disebut Abu Sekam Padi (ASP) (Gambar 21.b). Arang sekam padi sebelumnya di ayak menggunakan ayakan Mesh 60 agar didapatkan arang dengan keseragaman ukuran partikel.

Proses pengabuan ini dapat secara sempurna terjadi apabila unsur karbon yang terkandung dalam ASP terbakar menjadi gas CO<sub>2</sub>, sehingga diperoleh kandungan silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan luas permukaan yang besar. Adapun, reaksi pengabuan yang terjadi adalah sebagai berikut:

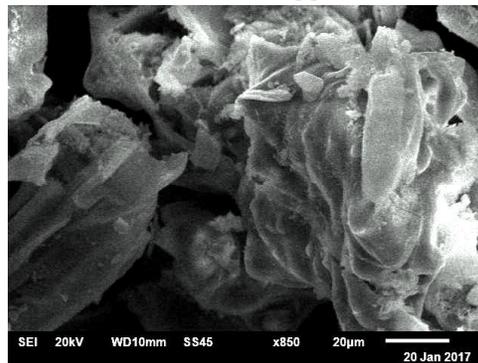


**Gambar 21.** (a) Arang Sekam Padi Setelah di Ayak, (b) Abu Sekam Padi (ASP) Hasil Pembakaran

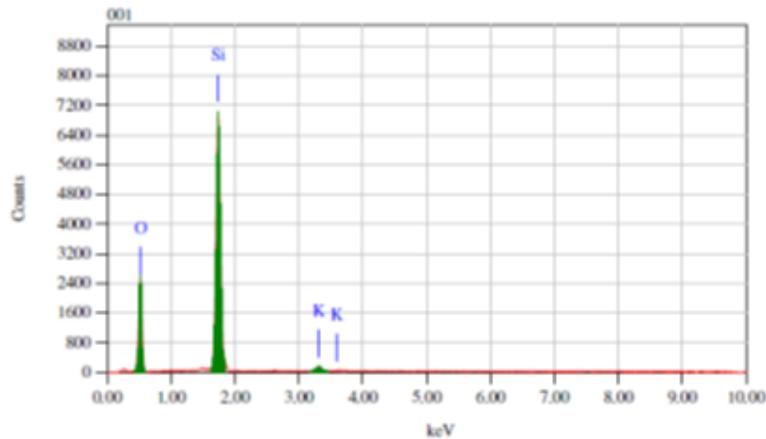
Abu Sekam Padi (ASP) hasil pengabuan dengan Furnace kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan alat SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy – Electron Display X-Rays*). Alat SEM digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi dari permukaan Abu Sekam Padi (ASP) sedangkan EDX digunakan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada permukaan Abu Sekam Padi (ASP). Hasil analisis SEM Abu Sekam Padi (ASP) ditunjukkan pada Gambar 22.

Pada gambar ditunjukkan ASP memiliki ukuran partikel berkisar 20µm pada pembesaran 850 kali. Sementara unsur-unsur yang terdapat pada permukaan ASP dapat dilihat pada Gambar 23 dan Tabel 4. Berdasarkan hasil analisis EDX dibawah, dapat diketahui bahwa Abu Sekam Padi atau ASP hasil pengabuan

dengan Furnace mengandung unsur Silikon (Si), Oksigen (O), dan Kalium (K) dimana besar persen (%) massa masing-masing adalah 35,94%, 63,01%, dan 1,05%. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa penyusun Abu Sekam Padi yang digunakan pada penelitian ini mengandung senyawa silika ( $\text{SiO}_2$ ) dengan persen massa yang cukup besar dan kandungan unsur anorganik yaitu Kalium (K) dengan persen massa yang cukup kecil. Ini sesuai dengan Tabel 3 dimana abu sekam padi mengandung unsur Kalium (K). Unsur Kalium (K) ini kemudian dihilangkan hingga hanya terdapat kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) murni. Pada penelitian kali ini material silika dari ASP disintesis menggunakan metode Sol-Gel.



**Gambar 22.** Hasil Karakterisasi SEM Abu Sekam Padi (ASP)



**Gambar 23.** Hasil Karakterisasi EDX Abu Sekam Padi (ASP)

**Tabel 4.** Kandungan Unsur Abu Sekam Padi (ASP)

Unsur	Massa (%)
Si (Silikon)	35,94
O (Oksigen)	63,01
K (Kalium)	1,05

## 2. Pencucian abu sekam padi dengan larutan asam

Setelah mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada permukaan ASP, selanjutnya dilakukan pencucian abu sekam padi dengan larutan asam. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan mineral pengotor yang terkandung pada ASP (Kalapathy, 2000). Pertama, 10 gram Abu Sekam Padi didispersikan kedalam 60 mL aqua demineralisasi (aqua DM), lalu larutan distirer dan ditambahkan tetes demi tetes HCl 6 M hingga pH larutan 1. Penambahan HCl hingga pH 1 ini bertujuan untuk menghilangkan kuantitas unsur-unsur anorganik seperti Na, K, Ca, Mg, Fe, P, S, dan Mn yang masih terkandung dalam Abu Sekam Padi. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Kalapathy *et al.*, (2000) bahwa penambahan asam hingga pH 1 mengakibatkan jumlah unsur anorganik yang terlarut akan lebih banyak jika dibandingkan dengan pencucian pH > 1.

Ketika campuran larutan yang ditetesi HCl sudah menunjukkan pH 1, selanjutnya di refluks dengan suhu 60 °C selama dua jam. Hal ini bertujuan agar HCl dapat melarutkan unsur-unsur yang terkandung dalam ASP secara maksimal. Kemudian campuran larutan ASP disaring untuk memisahkan residu dengan filtratnya. Penyaringan dilakukan dengan menggunakan kertas saring Whattman No. 41. Setelah disaring, residu ASP hasil refluks dicuci dengan aqua DM untuk menghilangkan ion Cl<sup>-</sup>. Pencucian dilakukan berulang hingga residu sudah benar-benar terbebas dari ion Cl<sup>-</sup>. Residu yang sudah terbebas dari asam ini kemudian digunakan untuk mengekstraksi silika gel.

## 2. Pembentukan natrium silikat

Pada proses ini terjadi reaksi pembentukan natrium silikat hasil reaksi silika dalam abu sekam padi dengan alkali yang mengandung natrium melalui proses peleburan pada temperatur tinggi atau sedang (Sholikha *et al.*, 2010). Residu Abu Sekam Padi (ASP) yang telah dicuci dan terbebas dari asam selanjutnya ditambahkan larutan NaOH 1 M sebanyak 60 mL dan direfluks selama 1 jam. Pemanasan dengan refluks bertujuan agar reaksi antara silika (SiO<sub>2</sub>) yang terdapat dalam ASP dengan NaOH berjalan lebih sempurna sehingga seluruh silika dapat bereaksi menghasilkan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (Nopianingsih *et al.*, 2015). Reaksi pembentukan larutan natrium silikat dari silika dalam ASP dengan NaOH adalah sebagai berikut:



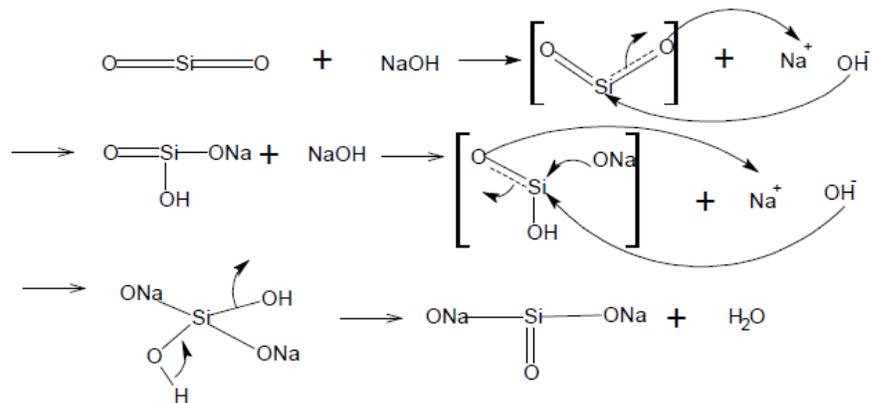
Setelah direfluks, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring Whattman No. 41. Filtrat hasil penyaringan disimpan dalam wadah sedangkan

residu dicuci kembali dengan 100 mL air mendidih agar sisa natrium silikat yang mungkin masih berada pada residu ikut terbawa dalam air cucian sehingga diperoleh larutan natrium silikat secara maksimal (Kalapathy *et al.*, 2000). Hasil dari penyaringan natrium silikat berwarna kuning terang. Larutan inilah yang disebut sebagai prekursor silika gel (Gambar 24).



**Gambar 24.** Filtrat Hasil Penyaringan Larutan Natrium Silikat

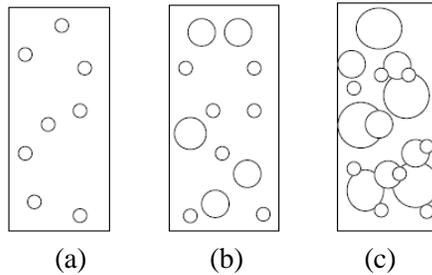
Pembuatan material silika menggunakan metode sol-gel akan menghasilkan silika gel. Silika gel merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Berikut adalah mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat menurut Nopianingsih *et al.*, (2015):



**Gambar 25.** Mekanisme Reaksi Pembentukan Natrium Silikat (Nopianingsih *et al.*, 2015)

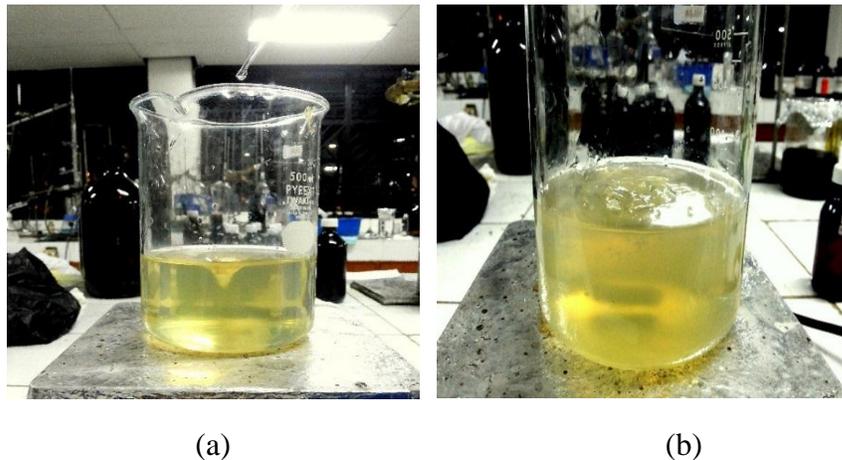
Peleburan pada suhu tinggi akan mengakibatkan NaOH terdisosiasi sempurna membentuk ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{OH}^-$ . Elektronegativitas yang tinggi pada atom O dalam  $\text{SiO}_2$  menyebabkan Si lebih elektropositif dan akan membentuk *intermediet*





**Gambar 27.** Proses Pembentukan Alkogel. (a) Silika Primer, (b) Ukuran Partikel Membesar, dan (c) Alkogel (Sholikhah *et al.*, 2010)

Melakukan proses pengasaman hingga pH 7 sesuai dengan teori yang ada, dimana dalam jurnal Kalapathy *et al.*, (2000) menyebutkan bahwa kelarutan silika sangat rendah pada pH <10, namun meningkat secara signifikan pada pH >10. Ini membuat silika murni dapat dihasilkan dari ASP dengan cara melarutkan silika dalam kondisi alkalin dan kemudian akan mengendap pada pH yang lebih rendah. Teori ini didukung dengan hasil percobaan dimana ketika diasamkan hingga pH 9-7 terjadi pembentukan gel yang sangat cepat.

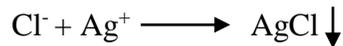


**Gambar 28.** Natrium Silikat Sebelum dan Sesudah Mencapai pH 7. (a) Larutan Natrium Silikat ketika pH >7 (Sebelum ditetesi HCl 1 M), (b) Larutan Natrium Silikat ketika Sudah Mencapai pH 7 (Sesudah ditetesi HCl 1 M) dan Sudah Terbentuk Gel

Silika gel yang sudah terbentuk kemudian dibiarkan selama  $\pm 18$  jam. Hal ini dilakukan agar pembentukan kondensasi alkogel terjadi secara sempurna. Selain itu, proses pendiaman akan menyebabkan terjadinya penyusutan volume gel yang terjadi akibat reaksi kondensasi diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam. Tahap ini disebut proses sinersis. Pada akhir proses sinersis akan diperoleh gel yang relatif lebih kaku dengan volume yang lebih kecil bila dibandingkan dengan alkogel atau yang disebut sebagai hidrogel (Sholikhah *et al.*, 2010). Proses

pendiaman ini juga bertujuan untuk memperkuat jaringan gel yang terbentuk dan meningkatkan luas permukaan sampel.

Silika gel yang sudah didiamkan kemudian dicuci dengan aqua DM mendidih sehingga gel berubah menjadi bubur (*slurry*). Fungsi pencucian menggunakan aqua DM adalah untuk menghilangkan kandungan ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{Cl}^-$  yang terkandung dalam silika gel. Selain itu, fungsi pencucian menggunakan aqua DM yang mendidih adalah agar pencucian dapat berlangsung secara maksimal dan mendapatkan hasil dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kandungan ion  $\text{Cl}^-$  yang terdapat dalam silika gel ini dapat diuji keberadaannya secara kualitatif dengan reagensia perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ). Uji ini dilakukan dengan cara meneteskan 2-3 tetes larutan  $\text{AgNO}_3$  kedalam air cucian dan melihat apakah masih terbentuk endapan putih yang merupakan perak klorida ( $\text{AgCl}$ ) atau tidak. Jika sudah tidak terbentuk endapan putih, maka silika gel sudah terbebas dari kandungan ion  $\text{Cl}^-$ . Adapun persamaan reaksi uji kualitatif ion  $\text{Cl}^-$  menggunakan larutan  $\text{AgNO}_3$ , adalah sebagai berikut:



Silika gel yang telah terbebas dari garam kemudian dipindahkan ke dalam cawan penguap dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam untuk memperoleh silika xerogel (Gambar 29).

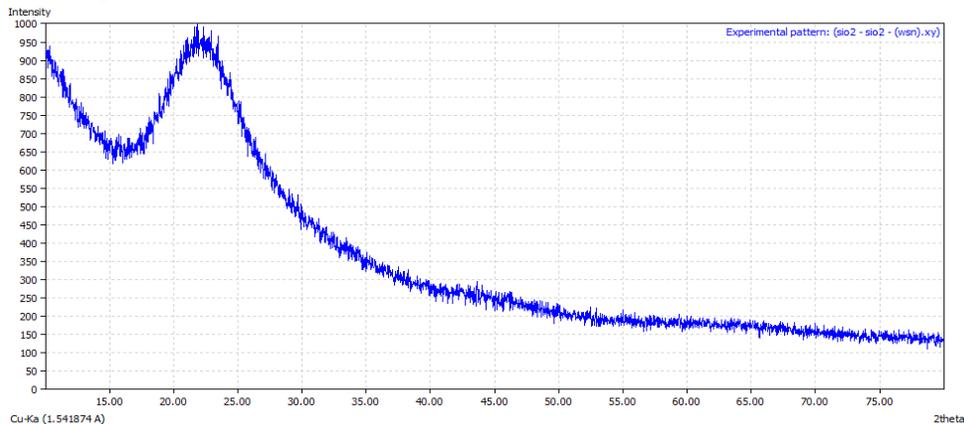


**Gambar 29.** (a) Bubur Silika Gel (*Slurry*) Setelah Dicuci, (b) Silika Xerogel

Silika xerogel yang sudah terbentuk kemudian digerus dengan lumpang alu agar seluruh wujud silika rata menjadi bubuk dan selanjutnya disimpan dalam wadah botol plastik untuk uji karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dan SEM-*Electron Diffraction X-Rays* (SEM-EDX) serta untuk digunakan selanjutnya dalam sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### 4. Karakterisasi Material Silika

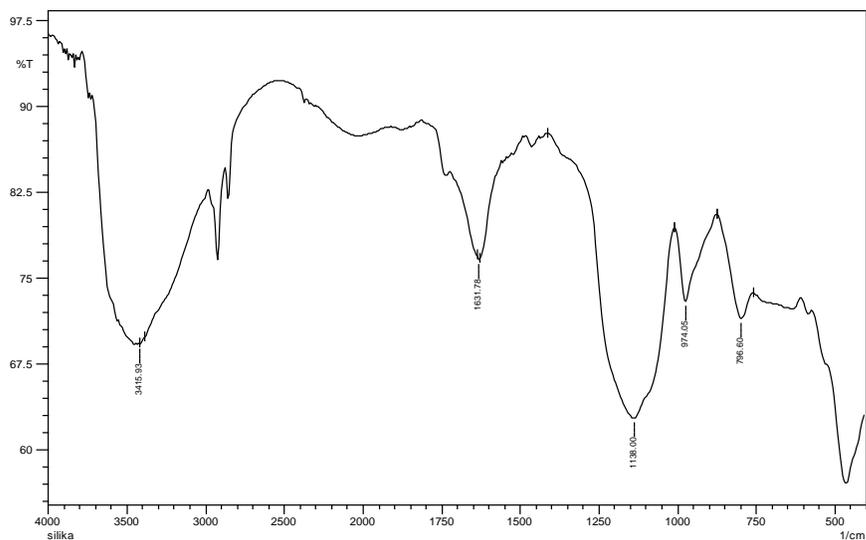
Untuk mengetahui fasa material silika hasil sintesis, gugus fungsi yang terbentuk, struktur morfologi dan kandungan unsur yang terdapat pada material silika hasil sintesis perlu dilakukan adanya karakterisasi. Pertama, dilakukan analisis menggunakan alat XRD yang bertujuan untuk mengetahui fasa material silika hasil sintesis dari abu sekam padi. Hasil dari pengujian dengan proses ini ditunjukkan pada Gambar 30.



**Gambar 30.** Pola Difraksi Sinar X Material Silika

Hasil analisis pola difraksi sinar x material silika diatas dilakukan dengan aplikasi Match!. Hasil ini menunjukkan bahwa material silika hasil sintesis bersifat amorf yang ditandai dengan pola difraksi yang landai pada kisaran  $2\theta=22^\circ$ . Bentuk kurva seperti ini hanya dimiliki oleh senyawa yang memiliki bentuk amorf, dimana silika sebagai senyawa yang disintesis menggunakan suhu dibawah  $800^\circ\text{C}$  berstruktur amorf (Latif *et al.*, 2014). Selain itu, hasil ini sesuai dengan hasil penelitian Sapei *et al.*, (2015) yaitu silika sebagai senyawa yang disintesis dari abu sekam padi berstruktur amorf, dan silika yang berasal dari tanaman umumnya bersifat amorf. Hasil ini juga sesuai dengan penelitian Kalaphaty *et al.*, (2000) dimana silika dengan puncak melebar disekitar  $2\theta=20-22^\circ$  menunjukkan struktur amorf. Sehingga dapat disimpulkan sementara bahwa hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa sampel merupakan material silika yang bersifat amorf.

Karakterisasi selanjutnya dilakukan menggunakan alat FTIR yang bertujuan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat pada material silika hasil sintesis (Gambar 31).



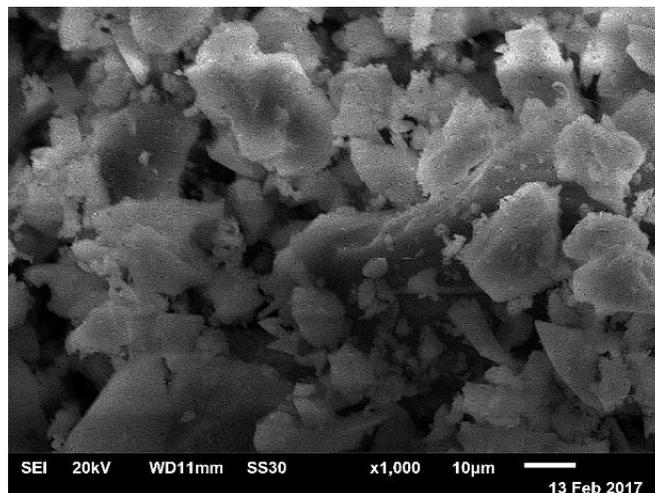
**Gambar 31.** Spektrum IR Material Silika Hasil Sintesis

Berdasarkan spektrum IR material silika hasil sintesis diatas, dapat diperoleh informasi bahwa terdapat pita serapan yang melebar pada bilangan gelombang  $3415,93\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur gugus hidroksi (OH) dari Si-OH. Adanya gugus -OH tersebut dipertegas dengan adanya puncak spektrum inframerah pada bilangan gelombang  $1631,78\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi bengkokan pada gugus -OH dari Si-OH. Bahu yang terbentuk pada  $3246\text{cm}^{-1}$  diketahui sebagai vibrasi ulur gugus Si-OH yang terdapat pada struktur  $\text{SiO}_2$ . Munculnya gugus Si-OH membuktikan adanya ikatan silika dengan molekul air. Sedangkan pita IR pada  $974,05\text{cm}^{-1}$  menandakan vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-OH, dan keberadaan ikatan Si-O diperjelas dengan puncak yang muncul pada  $477\text{cm}^{-1}$  dimana menunjukkan vibrasi tekuk dari Si-O-Si. Pita serapan karakteristik gugus siloksi Si-O- juga muncul pada bilangan gelombang  $796,60\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri Si-O- pada ikatan Si-O-Si. Dari data spektrum IR yang diperoleh, diduga senyawa tersebut mengandung silika. Pembuktian lebih lanjut dilakukan dengan membandingkan hasil spektrum FTIR material silika hasil sintesis dengan referensi. Diambil referensi hasil penelitian Music *et al.*, (2011) yang ditunjukkan pada Gambar 14, dapat dilihat perbandingan spektrum IR antara material silika hasil sintesis dengan referensi, hasilnya hampir sama atau mendekati. Puncak-puncak yang ditunjukkan pada spektrum FT-IR material silika hasil sintesis dan referensi disajikan pada Tabel 5.

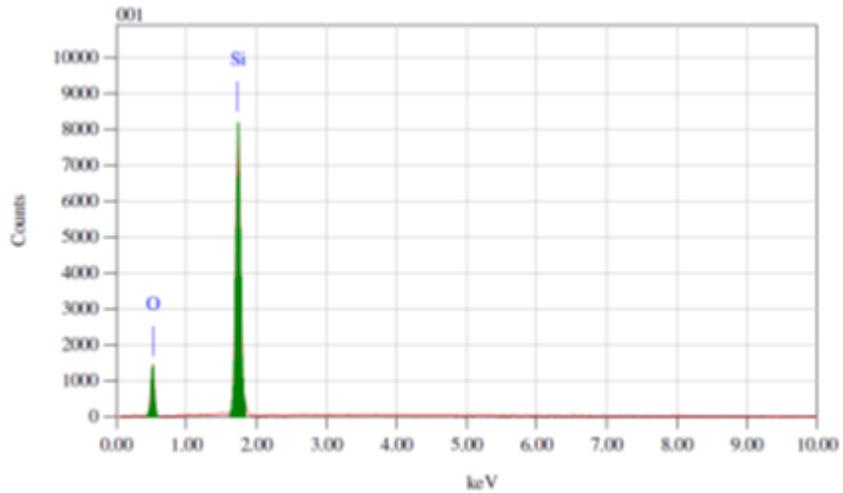
**Tabel 5.** Perbandingan Data Spektrum IR Antara Material Silika Hasil Sintesis dengan Referensi *Music et al.*, (2011)

Spektrum Senyawa Referensi ( $\text{cm}^{-1}$ )	Spektrum Senyawa Hasil Sintesis ( $\text{cm}^{-1}$ )	Keterangan
3437	3415,93	vibrasi ulur gugus OH dari Si-OH
3246	3246	vibrasi ulur gugus Si-OH
1632	1631,78	vibrasi tekuk -OH dari Si-OH
956	974.05	vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-OH
800	796.60	vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-O-Si
474	474	vibrasi tekuk ikatan Si-O pada Si-O-Si

Setelah dilakukan identifikasi fasa dan gugus material silika hasil sintesis menggunakan XRD dan FTIR, kemudian dilakukan identifikasi lanjutan dengan SEM dan EDX. SEM berfungsi untuk mengetahui bentuk morfologi pada permukaan silika, sedangkan karakterisasi EDX berfungsi untuk mengetahui besar kadar silikon (Si) dan oksigen (O) serta unsur-unsur lain yang mungkin masih terkandung dalam material silika hasil sintesis:



**Gambar 32.** Hasil Karakterisasi SEM Material Silika Hasil Sintesis



**Gambar 33.** Diagram Hasil Karakterisasi EDX Material Silika Hasil Sintesis

**Tabel 6.** Kandungan Unsur Material Silika Hasil Sintesis

Unsur	Massa (%)
Si (Silikon)	48,74
O (Oksigen)	51,26

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM diatas, dapat diperoleh informasi bahwa ukuran partikel material silika hasil sintesis adalah 10  $\mu\text{m}$  dengan perbesaran 1000 kali. Dari gambar terlihat bentuk morfologi yang tidak seragam. Bentuk ini merupakan bentuk yang biasa dimiliki oleh senyawa amorf dimana seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, material silika yang sintesis menggunakan suhu dibawah 800  $^{\circ}\text{C}$  akan berstruktur amorf (Latif *et al.*, 2014), dan berdasarkan analisis XRD sebelumnya silika hasil sintesis diduga berstruktur amorf. Sedangkan berdasarkan hasil analisis EDX yang tertera pada Tabel 6, diketahui bahwa material silika hasil sintesis mengandung unsur Silikon (Si) dan Oksigen (O) dengan besar persen (%) massa masing-masing adalah 48,74% dan 51,26%. Kedua unsur tersebut merupakan unsur penyusun silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan tidak ditemukan unsur lain dalam material silika hasil sintesis ini. Sehingga dapat dikatakan bahwa material silika hasil sintesis dari abu sekam padi sudah bersih dari kandungan unsur anorganik pengotor dan dapat digunakan untuk sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .

## B. Sintesis dan Modifikasi *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

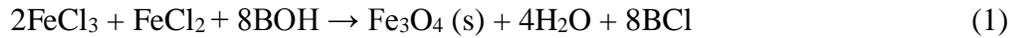
### 1. Sintesis Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

Setelah dilakukan sintesis material silika dari Abu Sekam Padi (ASP), selanjutnya dilakukan sintesis dan modifikasi *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Namun pertama, dilakukan uji pendahuluan sintesis magnetit atau Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terlebih dahulu dengan menggunakan metode kopresipitasi dari FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O. Diperlukan aliran gas Nitrogen (N<sub>2</sub>) selama proses sintesis berlangsung. Hal ini bertujuan agar mencegah terjadinya oksidasi magnetit menjadi maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) atau hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). Sebanyak 1,0808 gram FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 4 mL aqua demineralisasi (aqua DM) dan dalam gelas kimia lain dimasukkan 0,3975 gram FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dalam 1 mL aqua DM dengan perbandingan molar rasio masing-masing adalah 2:1. Kemudian kedua larutan dicampurkan dalam labu lengan tiga sambil dialiri gas Nitrogen dan di aduk dengan menggunakan stirrer serta dipanaskan pada suhu 80 °C. Pengadukan dengan stirrer bertujuan agar campuran larutan tercampur secara sempurna. Setelah mencampurkan kedua larutan, secara perlahan tambahkan NaOH 1 M hingga pH larutan mencapai 12.

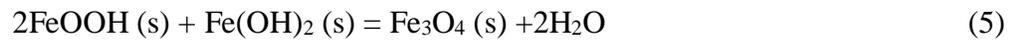


**Gambar 34.** Sintesis Magnetit. (a) Larutan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O Ditambah FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dan Sebelum Ditambah NaOH 1 M, (b) Setelah Ditambah NaOH 1 M

Penambahan basa NaOH 1 M akan membentuk *precipitate* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berwarna hitam. Prinsip dasar dari penggunaan metode ini adalah mencampurkan ion Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup> dengan perbandingan molar rasio masing-masing 1:2 dan menggunakan larutan yang sangat basa pada temperatur ruang atau tinggi. Ion Fe<sup>2+</sup> dan Fe<sup>3+</sup> secara umum akan berubah menjadi endapan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> jika ditambahkan larutan alkali menggunakan basa yang berbeda, seperti Ammonium Hidroksida (NH<sub>4</sub>OH), Kalium Hidroksida (KOH) dan Natrium Hidroksida (NaOH). Berikut proses reaksi pembentukan magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>:



Dimana B adalah  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_3^+$ , atau basa lainnya. Proses reaksi pembentukan magnetit secara sempurna dijelaskan sebagai berikut:



Untuk sintesis magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan metode kopresipitasi, perbandingan/ rasio antara ion *ferrous* ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dan ion *ferric* ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dalam medium basa (alkali) sangat mempengaruhi hasil akhir sintesis. Efeknya meliputi rentang diameter ukuran partikel dan sifat magnetik yang dihasilkan. Telah dilaporkan bahwa valensi garam logam yang digunakan dalam sintesis memegang peranan penting dalam menentukan ukuran partikel. Pada penelitian ini, larutan alkali yang digunakan adalah NaOH 1 M (Mascolo *et al.*, 2013). Penambahan secara perlahan NaOH dihentikan ketika pH larutan sudah mencapai 12 dan warna larutan sudah berubah menjadi hitam pekat (Gambar 34.b). Hal ini sesuai dengan teori, dimana menurut Mascolo *et al.*, (2013) pada temperatur 70-80 °C, larutan yang menggunakan perbandingan molar rasio 1:2 akan menghasilkan padatan pada pH 12, dan rasio akan mulai menyimpang jika pH yang digunakan lebih dari 12. Sedangkan menurut Wu *et al.*, (2015), pertumbuhan nukleus  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  akan lebih mudah dengan penambahan pH diatas 11. Hal ini dikarenakan pembentukan endapan  $\text{Fe}^{3+}$  terjadi pada larutan dengan pH 3-4, sedangkan  $\text{Fe}^{2+}$  akan membentuk endapan pada pH 8-9. Untuk itu, konsentrasi yang cukup dari ion  $\text{OH}^-$  (dan pH) sangat dibutuhkan untuk pembentukan endapan keduanya ( $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ ). Jika pH larutan kurang dari 9 maka akan terbentuk endapan  $\text{Fe}^{3+}$  dan bukan  $\text{Fe}^{2+}$  sehingga akan membentuk fasa FeOOH (jingga kemerahan). Teori-teori ini juga didukung dengan hasil percobaan dimana warna larutan berubah menjadi hitam pekat ketika pH larutan sudah mendekati 12.

Setelah ditetesi larutan NaOH dan berubah warna menjadi hitam pekat, campuran larutan tersebut akan terbentuk dua fasa, yaitu fasa padatan dan fasa larutan. Kedua fasa tersebut kemudian distirrer selama 2 jam dengan tujuan memaksimalkan pembentukan magnetit. Setelah 2 jam, endapan magnetit dicuci dengan aqua demineralisasi (aqua DM) hingga pH netral. Tujuan pencucian ini adalah untuk menghilangkan kandungan garam yang terdapat dalam endapan sehingga didapat magnetit dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Endapan

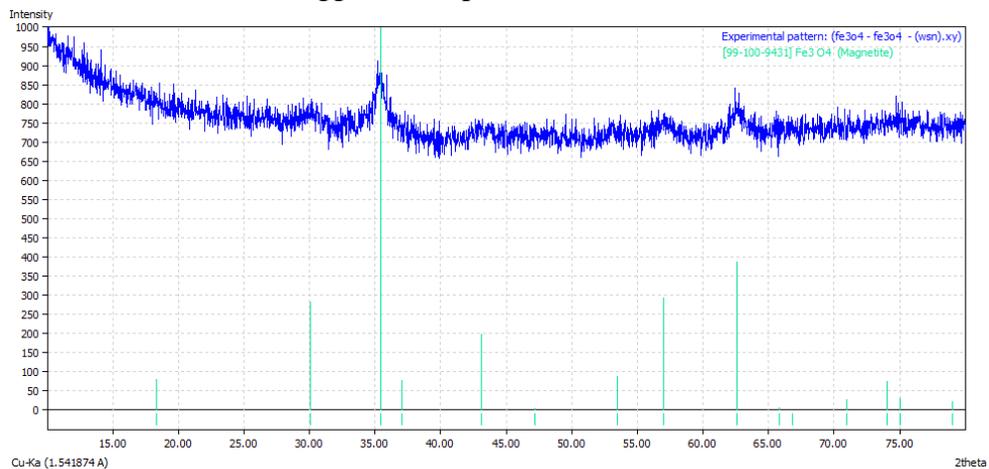
magnetit yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 100 °C selama 1 jam. Bubuk magnetit yang telah disintesis kemudian diletakkan dalam wadah untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR. Sebelumnya, dilakukan uji awal pembentukan magnetit dengan cara menempelkan wadah berisi magnetit dengan magnet logam. Hasilnya, bubuk magnetit menempel pada magnet logam.



**Gambar 35.** Bubuk Magnetit Hasil Sintesis

## 2. Karakterisasi Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

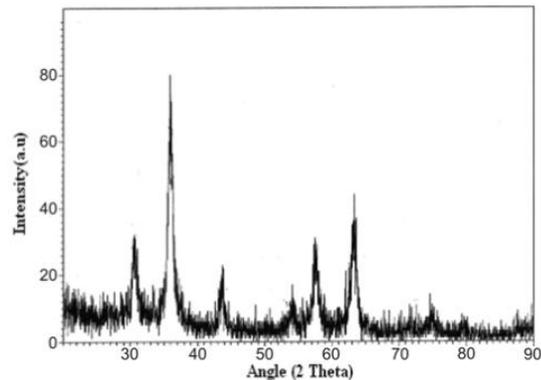
Setelah dilakukanya sintesis magnetit menggunakan metode kopresipitasi, selanjutnya dilakukan karakterisasi untuk mengetahui apakah sudah terbentuk magnetit murni. Pertama, dilakukan karakterisasi menggunakan XRD guna mengetahui fasa dan struktur kristal senyawa magnetit. Analisa data hasil karakterisasi dilakukan menggunakan aplikasi Match! dan G-SAS.



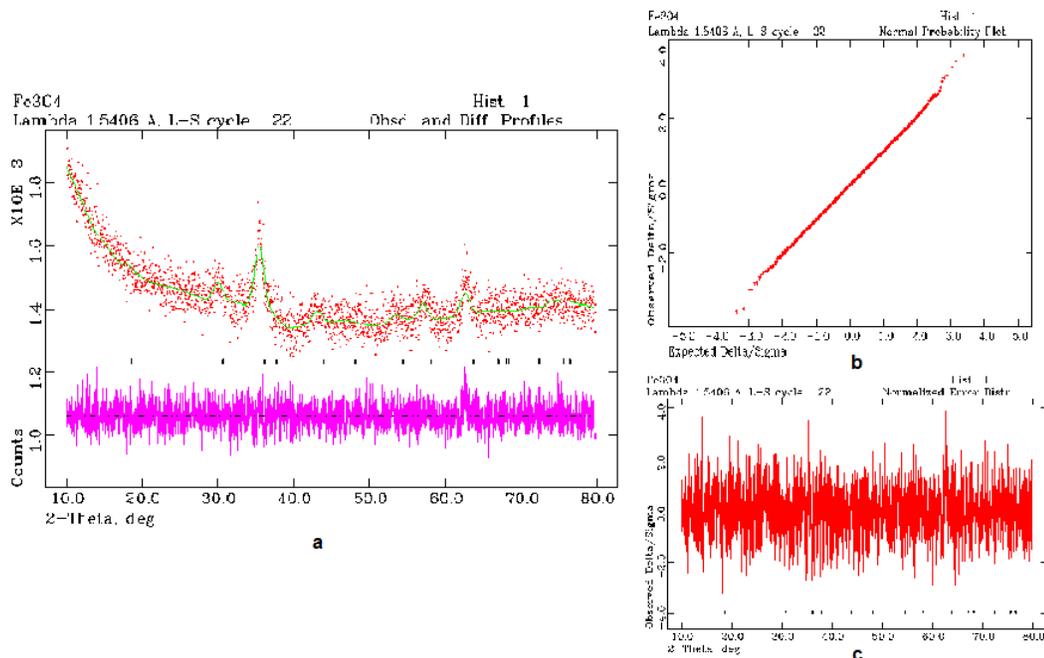
**Gambar 36.** Pola Difraksi Sinar X dari Magnetit Hasil Sintesis

Hasil pola difraksi sinar x pada magnetit diatas menunjukkan bahwa sampel magnetit yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi merupakan senyawa kristalin. Hal ini dapat diketahui dari munculnya puncak sempit pada kurva hasil

analisis menggunakan aplikasi Match!. Pada penggunaan aplikasi Match! disesuaikan puncak yang dihasilkan dari hasil uji dengan *database* yang tersedia pada aplikasi untuk mengetahui bentuk kristal dari senyawa magnetit. Kesesuaian data dengan *database* ditunjukkan dengan sumber *database* magnetit bernomor 99-101-2443. Kurva diatas berada pada 2 theta 10° hingga 80°. Puncak tertinggi berada pada 2 theta 35,42°, yang dilanjutkan dengan 2 theta 62,52°, 56,93°, 53,31°, 43,05°, dan 30,07°. Puncak atau peak hasil analisis XRD sampel magnetit hasil sintesis ini sesuai dengan peak XRD hasil penelitian Srivastava *et al.*, (2011) dibawah ini:



**Gambar 37.** Pola Difraksi Sinar X Magnetit Hasil Penelitian Srivastava *et al.*, (2011)



**Gambar 38.** Hasil Refinement Pola Difraksi Sinar X Sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. (a) Grafik Pola Difraksi Sinar X, (b) Chi Square Pola Difraksi Sinar X; dan c) Wrp Pola Difraksi Sinar X Magnetit Hasil Sintesis

Gambar 38 (a) memperlihatkan perbandingan pola difraksi antara sampel magnetit hasil sintesis dengan hasil perhitungan secara matematis yang dilakukan menggunakan aplikasi GSAS. Nilai  $\chi^2$  atau Chi kuadrat maksimum dari pola pada gambar 38 (b) adalah 1,050. Selanjutnya, grafik fitting dan normalisasi kesalahan pada pola difraksi tersebut dapat dilihat pada gambar 38 (c). Besar nilai wRp sebagai faktor koreksi perbedaan tinggi intensitas kedua pola tersebut adalah 0,0269 (2,69%). Hasil perhitungan ini mengindikasikan bahwa data memiliki tingkat kesalahan yang kecil. Karakteristik dari kristal yang dihasilkan dapat dilihat selengkapnya pada Tabel 7:

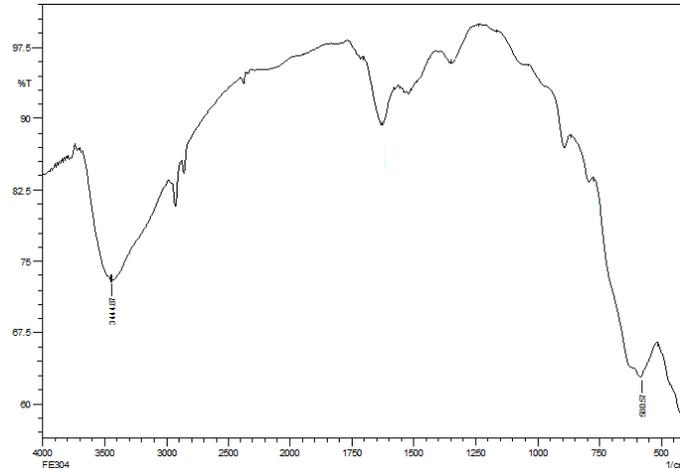
**Tabel 7.** Parameter Struktur Magnetit Hasil Sintesis Berdasarkan Software GSAS

Fasa Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>			
Grup ruang ( <i>space group</i> ): F d -3 m			
Sistem kristal: Kubik			
Parameter kisi:			
$a = 8,347630 \text{ \AA}, b = 8,347630 \text{ \AA}, c = 8,347630 \text{ \AA}, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ \text{ C}$			
$V = 581,687 \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 5,288 \text{ g/cm}^3$			
Faktor R	wRp = 0,0269	Rp = 0,0214	$\chi^2 = 1,050$

Berdasarkan data yang tertera pada tabel diatas, dapat diambil kesimpulan bahwa magnetit hasil sintesis memiliki bentuk kubik. Hal ini didasarkan pada parameter kisi yang dihasilkan oleh sisi-sisi kristal dimana memiliki ukuran yang sama, yaitu 8,347630 Å dengan sudut yang terbentuk adalah siku-siku (90<sup>0</sup>) pada ketiga sudut utama. Hal ini sesuai dimana bentuk sederhana dari kristal magnetit adalah berbentuk kubik dengan susunan antar atom yang memiliki kesesuaian dengan parameter kisi yang ditunjukkan. Volume ruang yang dihasilkan berdasarkan Tabel 7 adalah sebesar 581,687 Å<sup>3</sup>, dimana hal ini bersesuaian dengan perhitungan volume kubik yaitu perkalian sisi (s<sup>3</sup>). Untuk densitas (ρ) yang dimiliki dari elemen magnetit ditunjukkan dari hasil uji yaitu sebesar 5,288 gr/cm<sup>3</sup>.

Berdasarkan hasil uji karakterisasi menggunakan sinar difraksi *x-ray* (XRD), dapat disimpulkan bahwa senyawa yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi dari FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O merupakan senyawa magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) berbentuk kristalin. Dilakukan satu kali lagi pengujian untuk membuktikan bahwa senyawa yang disintesis merupakan magnetit untuk kemudian digunakan pada sintesis dan modifikasi *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Pengujian selanjutnya

dilakukan dengan menggunakan alat FTIR guna mengetahui gugus-gugus yang terdapat pada senyawa hasil sintesis (Gambar 39)



**Gambar 39.** Spektrum IR Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Hasil Sintesis

Gambar diatas merupakan hasil spektrum IR dari magnetit yang di sintesis menggunakan metode kopresipitasi. Spektra IR yang dihasilkan berada pada rentang bilangan gelombang  $400\text{cm}^{-1}$ - $4000\text{cm}^{-1}$ . Panjang gelombang antara  $3444.37\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi  $\text{H}_2\text{O}$  pada sampel. Munculnya peak ini dikarenakan karena molekul air telah teradsorpsi oleh  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Puncak pada bilangan gelombang  $580.57\text{cm}^{-1}$  menunjukkan stretching ikatan Fe-O. Puncak ini merupakan puncak khas dari kisi kristalin magnetit (Srivastava *et al.*, 2011). Hasil spektrum IR magnetit ini hampir mendekati analisis spektrum IR magnetit hasil penelitian Ma *et al.*, (2002) yang dapat dilihat pada Gambar 15.

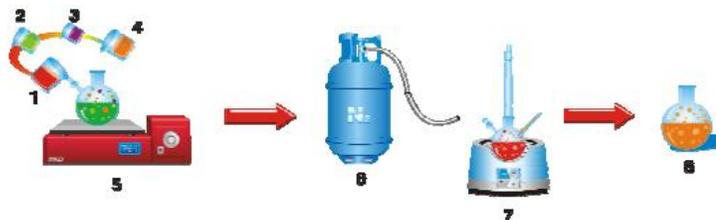
Setelah dilakukan karakterisasi lanjutan menggunakan FTIR, maka dapat disimpulkan bahwa material hasil sintesis dari  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  menggunakan metode kopresipitasi adalah magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Magnetit ini kemudian disintesis kembali untuk selanjutnya digunakan dalam sintesis dan modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .

### **3. Sintesis dan Modifikasi Core-Shell $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$**

Setelah sintesis dan karakterisasi magnetit, selanjutnya adalah mensintesis dan memodifikasi material silika dengan larutan magnetit sehingga terbentuk *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ . Pemodelasian pada material silika dapat dilakukan dengan material organologam maupun oksida logam. Material silika yang *dicoating* atau dilapisi dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  akan meningkatkan kemampuan absorpsi pada gelombang mikro karena kedua sifat, yaitu magnetik dan dielektrik yang dimiliki oleh silika dan

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  digabungkan. Material *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$  diharapkan mampu menjadi sebuah material penyerap gelombang mikro yang lebih baik karena kedua sifat material yang digabungkan menjadi satu material tunggal sehingga meningkatkan kemampuan kedua material. Sebagaimana yang telah dijelaskan oleh Jiwei *et al.*, (2013), syarat ideal sebuah material penyerap gelombang mikro adalah adanya material yang bersifat permivitas ( $\epsilon$ ) dan juga permeabilitas ( $\mu$ ), serta kemampuan material tersebut untuk menyerap gelombang mikro sebanyak mungkin, dimana hal tersebut membutuhkan material dengan sifat magnetik dan dielektrik loss yang kuat.

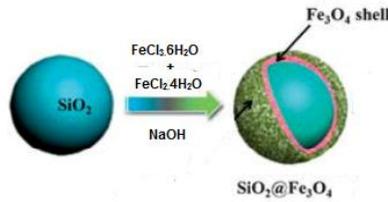
Pertama, material silika yang telah disintesis dan dikarakterisasi sebelumnya disiapkan sekitar 0,2 gram. Selanjutnya dilakukan sintesis magnetit dengan tahapan dan prosedur yang telah dijelaskan sebelumnya. Setelah mencampurkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  1,0808 gram yang dilarutkan dalam empat mililiter aqua DM dengan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  0,3975 gram dalam satu mililiter aqua DM dibawah aliran gas Nitrogen, segera masukkan bubuk silika secara perlahan dalam kondisi stirrer pada suhu 80 °C. Pengadukan dengan stirrer akan membuat bubuk silika secara merata menyebar keseluruh campuran larutan. Setelah dicampurkan, tetesi NaOH 1 M secara perlahan hingga pH 12 dan sudah berubah warna menjadi hitam pekat. Larutan NaOH akan membungkus material silika dengan magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sehingga terbentuk *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$  dimana material silika sebagai *core* (inti/bagian dalam) dan magnetit besi oksida sebagai *shell* (pelapis/bagian luar). **Gambar 40** menjelaskan skema tahapan proses modifikasi *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .



**Gambar 40.** Skema Proses Modifikasi *Core-Shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ . (1)  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , (2)  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , (3) Material  $\text{SiO}_2$ , (4) Larutan NaOH 1 M, (5) Magnetik Stirrer, (6) Dialiri Gas Nitrogen, (7) Distirrer Hingga Homogen, dan (8) *Core-Shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Setelah ditetesi secara perlahan dengan NaOH 1 M, selanjutnya campuran larutan *core-shell*  $\text{SiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$  distirrer secara konstan selama 2 jam dengan tujuan memaksimalkan bentuk *core-shell*. Endapan kemudian dicuci dengan aqua DM hingga pH netral dan terbebas dari garam. Endapan yang telah dicuci dihilangkan kandungan airnya menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama satu jam. *Core-*

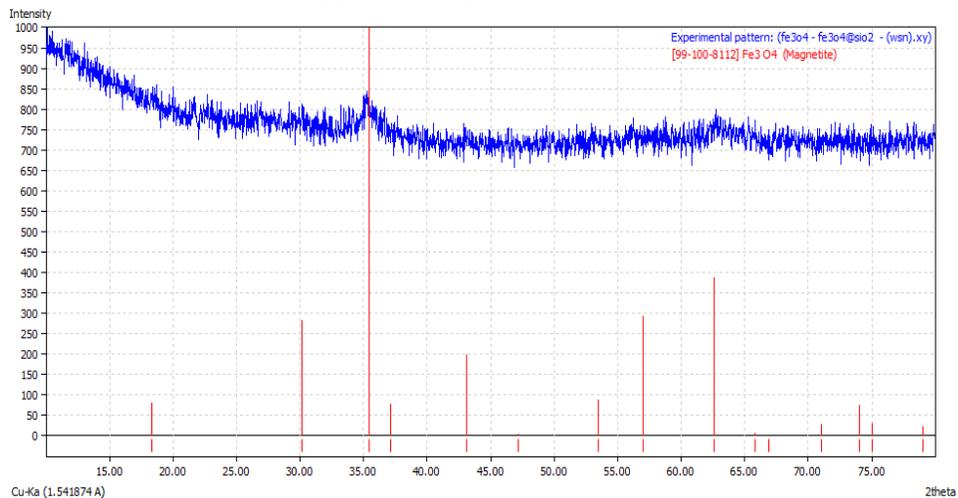
*shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM-EDX.



**Gambar 41.** Strategi Sintesis dan Modifikasi *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

#### 4. Karakterisasi *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

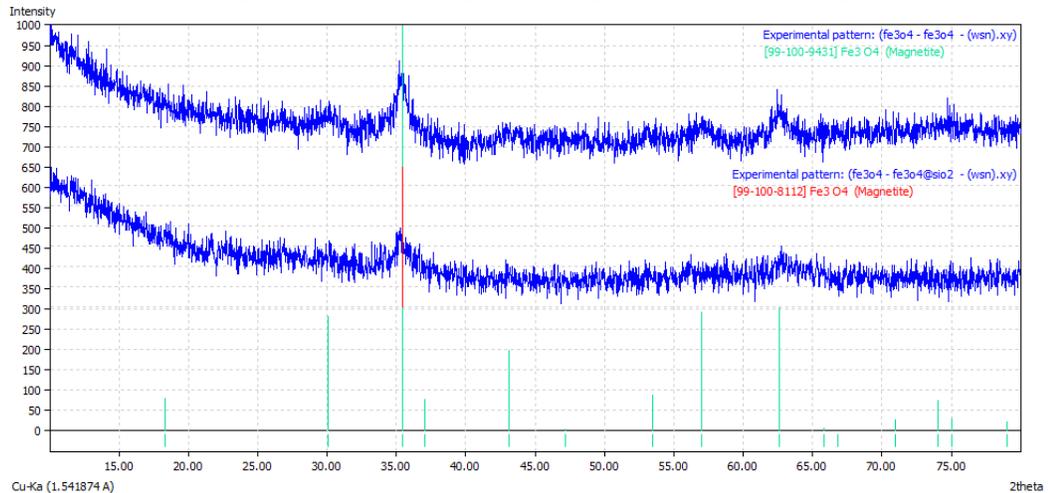
Pertama, dilakukan karakterisasi menggunakan XRD yang bertujuan untuk mengetahui fasa *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasil sintesis. Analisa data hasil karakterisasi dilakukan menggunakan aplikasi Match! dan G-SAS.



**Gambar 42.** Pola Difraksi Sinar X dari *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Hasil Sintesis

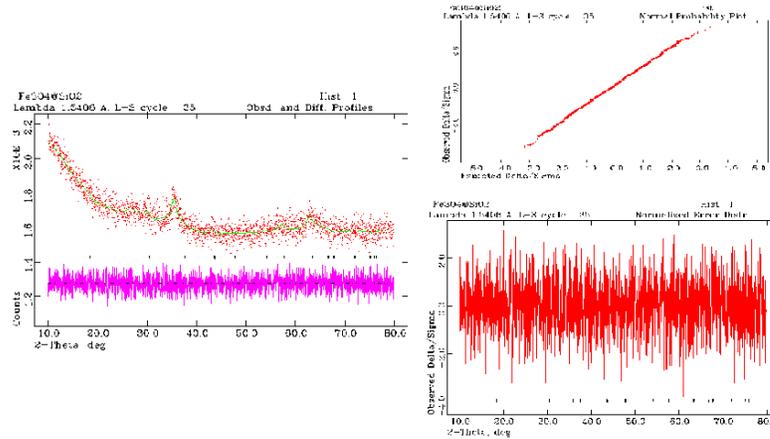
Hasil pola difraksi sinar x sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> diatas mengindikasikan bahwa sudah terbentuk *core-shell* antara silika dan magnetit. Hal ini dapat diketahui dari munculnya puncak sempit yang menandakan senyawa kristal magnetit dan adanya pola difraksi yang melebar yang menandakan senyawa amorf silika. Dalam penggunaan aplikasi Match! pada analisis kurva pola difraksi sinar x sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, disesuaikan puncak yang dihasilkan dari hasil uji dengan *database* yang tersedia pada aplikasi untuk mengetahui struktur dari sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Kesesuaian data dengan *database* ditunjukkan dengan sumber *database* magnetit bernomor 99-101-2443. Kurva diatas berada pada 2 theta 10° hingga 80°. Puncak tertinggi berada pada 2 theta 35,42° yang dilanjutkan

dengan 2 theta  $62,52^\circ$ ,  $56,93^\circ$ ,  $53,31^\circ$ ,  $43,05^\circ$ , dan  $30,07^\circ$ . Puncak yang sedikit melebar pada  $20-30^\circ$  terdeteksi pada *database* magnetit yang menunjukkan keberadaan amorf silika ( $\text{SiO}_2$ ). Selain itu, puncak difraksi senyawa *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  tidak setajam puncak difraksi magnetit murni sebelum dimodifikasi dengan material silika (Gambar 43). Hal ini menandakan kristalinitas yang dimiliki magnetit berkurang dikarenakan magnetit yang telah bereaksi dengan silika.



**Gambar 43.** Puncak Difraksi Sinar X Senyawa Magnetit (Atas) dan Puncak Difraksi Sinar X Senyawa *Core-Shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  (Bawah)

Setelah dianalisis menggunakan aplikasi Match!, selanjutnya dilakukan perbandingan hasil data difraksi sampel dengan *database* magnetit menggunakan aplikasi GSAS (Gambar 44). Dikarenakan *database* yang digunakan sebagai referensi adalah *database* magnetit, sehingga bentuk senyawa *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  adalah kubik. Parameter kisi yang dihasilkan oleh sisi-sisi kristal memiliki ukuran yang sama, yaitu  $8,323900 \text{ \AA}$  dengan sudut yang terbentuk adalah siku-siku ( $90^\circ$ ) pada ketiga sudut utama. Hal ini menandakan bahwa bentuk sederhana dari senyawa *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  adalah kubik dengan susunan antar atom yang memiliki kesesuaian dengan parameter kisi yang ditunjukkan. Besar nilai  $\chi^2$  atau Chi kuadrat maksimum dari pola adalah 1,066. Sedangkan nilai  $wRp$  sebagai faktor koreksi perbedaan tinggi intensitas kedua pola tersebut adalah 0,0273 (2,73%). Hasil perhitungan ini mengindikasikan bahwa data memiliki tingkat kesalahan yang meskipun kecil, namun lebih besar dari tingkat kesalahan pada sampel magnetit murni. Ini dikarenakan senyawa magnetit yang telah berinteraksi dengan senyawa lain (silika) sehingga tingkat kesalahannya lebih besar dibandingkan dengan sampel magnetit murni.

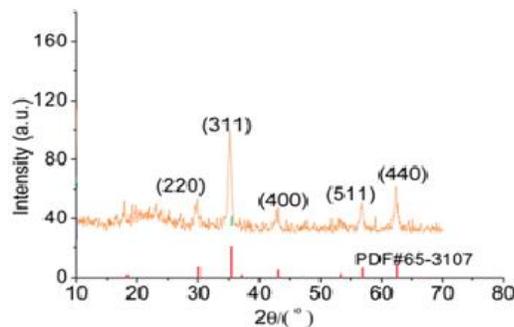


**Gambar 44.** Hasil Pengolahan Data XRD Sampel *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan Software GSAS. (a) Grafik Pola Difraksi Sinar X, (b) Chi Square Pola Difraksi Sinar X; dan c) Wrp Pola Difraksi Sinar X *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

**Tabel 8.** Parameter Struktur *Core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Hasil Sintesis Berdasarkan Software GSAS

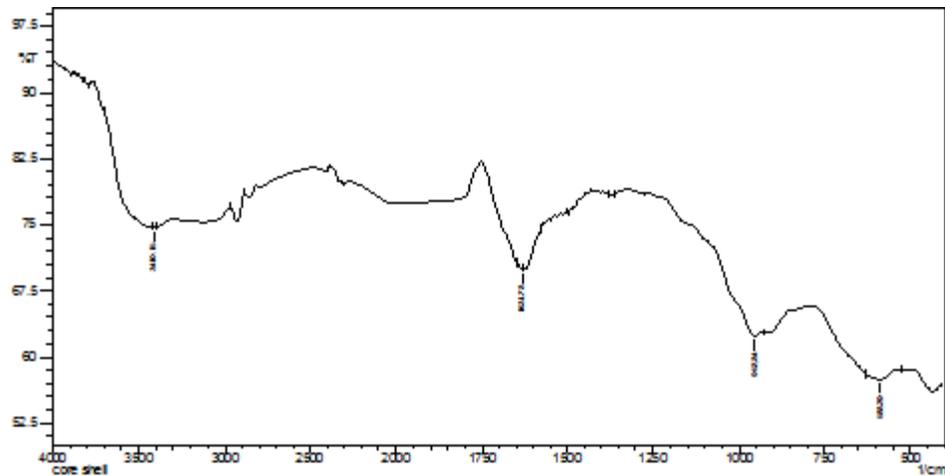
Fasa <i>Core-shell</i> SiO <sub>2</sub> @Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>			
Grup ruang ( <i>space group</i> ): F d -3 m			
Sistem kristal: Kubik			
Parameter kisi:			
$a = 8,323900 \text{ \AA}, b = 8,323900 \text{ \AA}, c = 8,323900 \text{ \AA}, \alpha = \beta = \gamma = 90 \text{ }^\circ\text{C}$			
$\rho = 5,333 \text{ g/cm}^3, V = 576,741 \text{ \AA}^3$			
Faktor R	wRp = 0,0273	Rp = 0,0201	X <sup>2</sup> = 1,066

Puncak atau peak hasil analisis XRD sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasil sintesis ini sesuai atau mendekati dengan peak hasil penelitian Zou *et al.*, (2014) dibawah ini:



**Gambar 45.** Pola Difraksi Sinar X *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Hasil Penelitian Zou *et al.*, (2014)

Selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR guna mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada sampel dan melihat *cross-link* yang terbentuk antara silika dengan magnetit. Berikut data spektrum IR sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasil sintesis:

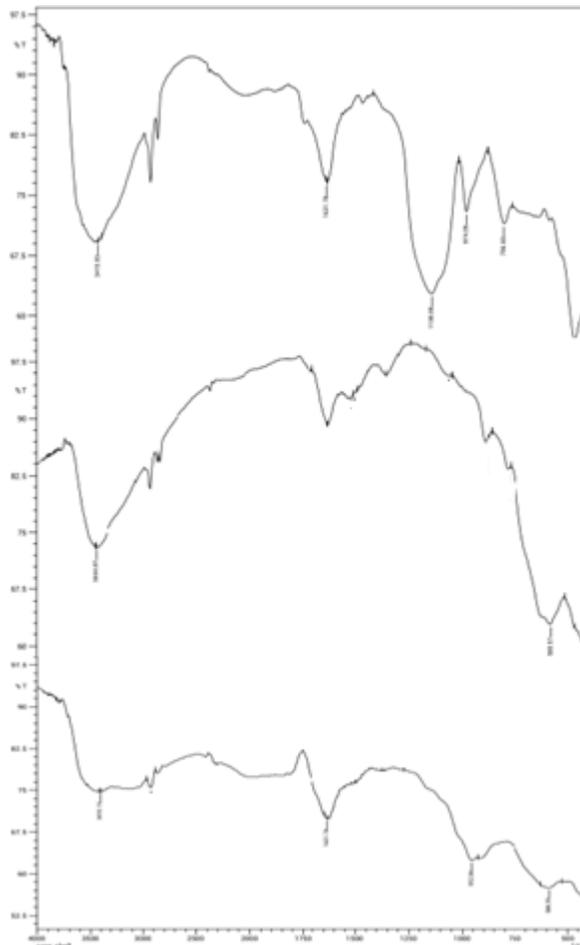


**Gambar 46.** Spektrum IR *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Hasil Sintesis

Berdasarkan gambar diatas, peak yang muncul pada bilangan gelombang 3410,15, 952,84, dan 588,29cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya unsur O-H, Si-O, dan Fe-O (Xu *et al.*, 2013). Dari berbagai peak yang muncul pada bilangan gelombang yang menjadi ciri khas antara silika dan magnetit, maka dapat disimpulkan bahwa sudah terbentuk *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Untuk lebih jelasnya, Gambar 47 menunjukkan spektra IR dari silika, magnetit, dan *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang digabungkan.

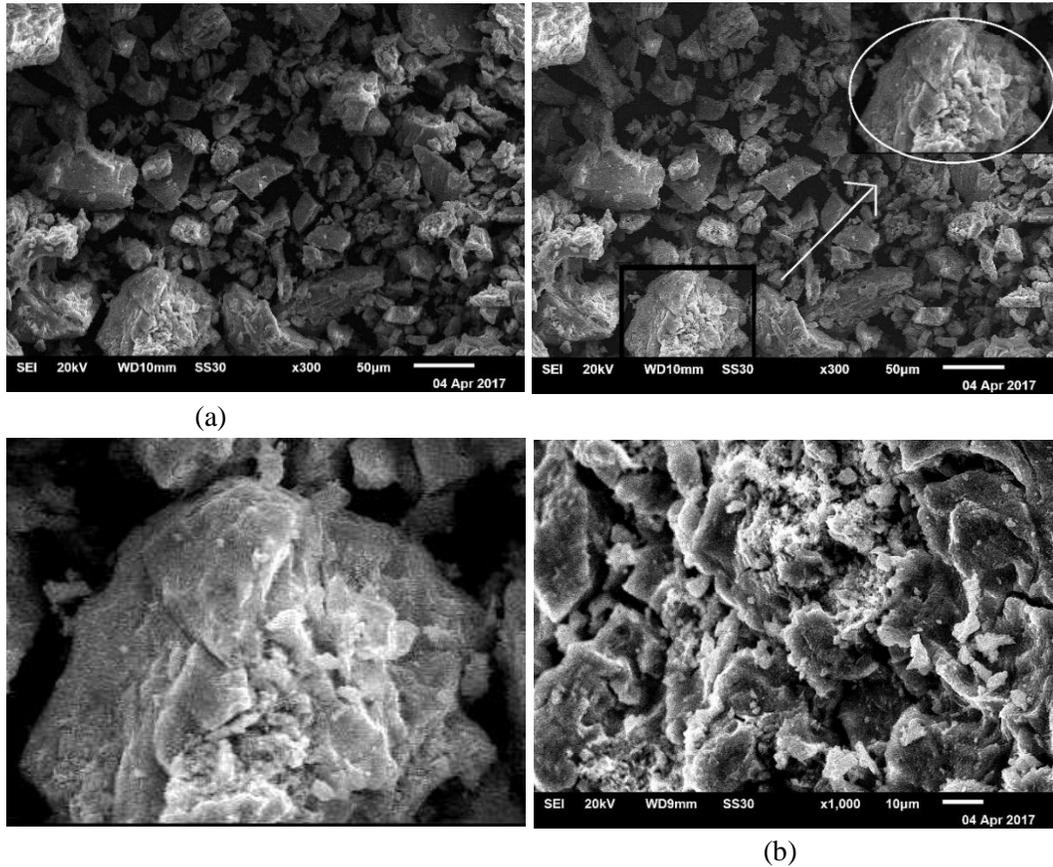
Berdasarkan hasil analisis spektra IR pada Gambar 47, dapat dilihat bahwa telah terjadi perubahan pola serapan pada spektra IR di bilangan gelombang tertentu. Pada silika, bilangan gelombang disekitar 3415,93cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur gugus OH dari Si-OH dan peak yang muncul pada bilangan gelombang 1136,00cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-OH. Namun pada sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, sedikit terjadi penurunan intensitas kearah bilangan gelombang yang lebih kecil yaitu menjadi 3410,15cm<sup>-1</sup> dan 952,84cm<sup>-1</sup>. Rendahnya puncak intensitas silika pada sampel *core-shell* hasil sintesis disebabkan karena komposisi silika yang lebih sedikit dan terletak didalam material magnetit, sehingga intensitas serapan yang dihasilkan tidak setajam hasil analisis IR material silika murni. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang 1631,78cm<sup>-1</sup> sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> merupakan vibrasi tekuk –OH dari Si-OH. Pada hasil spektrum IR material silika terdapat puncak yang tajam pada

bilangan gelombang  $796,60\text{cm}^{-1}$  dan  $1138,00\text{cm}^{-1}$ . Puncak ini menandakan vibrasi ulur simetris dan asimetris dari Si-O-Si. Namun, pada hasil spektrum IR sampel *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  puncak pada bilangan gelombang  $1138,00\text{cm}^{-1}$  ini hilang. Hal ini dikarenakan sedikitnya senyawa silika pada sampel *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  sehingga tidak terdeteksi. Bilangan gelombang yang muncul pada  $588,29\text{cm}^{-1}$  menandakan adanya gugus Fe-O pada sampel *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . Dari analisis ini sudah dapat disimpulkan bahwa sudah terbentuk *core-shell* antara silika dengan magnetit.



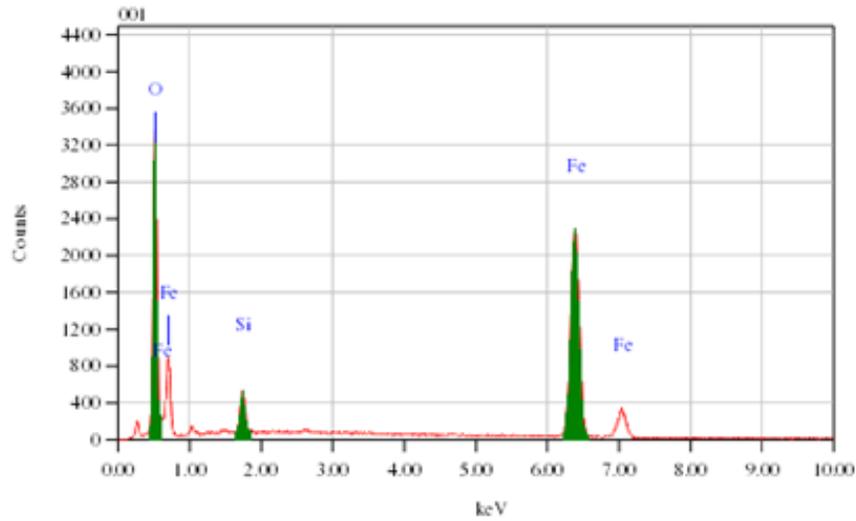
**Gambar 47.** Spektra IR dari Atas Kebawah: Silika, Magnetit, dan *Core-Shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .

Sementara itu, bentuk morfologi serta kandungan unsur yang terdapat pada *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  diidentifikasi menggunakan SEM-EDX. Hasil nya adalah sebagai berikut:



**Gambar 48.** Hasil Karakterisasi SEM *Core-Shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . (a) Pada Perbesaran 300x, (b) Pada Pembesaran 1000x

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM diatas, dapat diperoleh informasi bahwa ukuran partikel material *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  adalah  $50\ \mu\text{m}$  pada perbesaran 300 kali dan  $10\ \mu\text{m}$  dengan perbesaran 1000 kali. Pada perbesaran 300 kali, terlihat bentuk morfologi yang tidak seragam. Diduga struktur yang berbentuk partikel lebih besar dan bulat seperti membungkus merupakan *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  sedangkan partikel yang lebih kecil merupakan silika atau magnetit lainnya yang tidak ikut bereaksi membentuk *core-shell*, atau merupakan *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  dengan ukuran yang lebih kecil. Ketika diperbesar 1000 kali, dapat terlihat lebih jelas struktur amorf tidak beraturan dan juga terlihat bentuk *spherical* amorf. Ini menandakan adanya senyawa silika (berbentuk amorf tidak beraturan) yang terbungkus oleh struktur magnetit (*spherical* amorf).



**Gambar 49.** Hasil Karakterisasi EDX *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

**Tabel 9.** Kandungan Unsur *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Unsur	Massa (%)
Fe (Besi)	46,77
Si (Silikon)	2,83
O (Oksigen)	50,41

Berdasarkan hasil analisis EDX diatas, dapat dilihat bahwa sampel *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mengandung unsur Besi (Fe), Silikon (Si), dan Oksigen (O) dengan besar persen (%) massa masing-masing adalah 46,77%, 2,83%, dan 50,41%. Unsur-unsur ini merupakan penyusun *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sehingga dapat disimpulkan bahwa sudah terbentuk material *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

### C. Sintesis Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

*Core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang telah disintesis dan dikarakterisasi kemudian dijadikan *filler* atau bahan pengisi dalam komposit dimana UPR (*Unsaturated Polyester Resin*) adalah matriksnya. Sintesis komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan dengan cara memasukkan *filler core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan matriks UPR kedalam lima cetakan dimana setiap cetaknya diisi dengan perbandingan konsentrasi berat/berat (w/w%) komposit masing-masing adalah sebagai berikut :

**Tabel 10.** Komposisi Penyusun Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

<i>Core-Shell</i> SiO <sub>2</sub> @Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (%)	UPR (%)
90	10
85	15
80	20
75	25
70	30

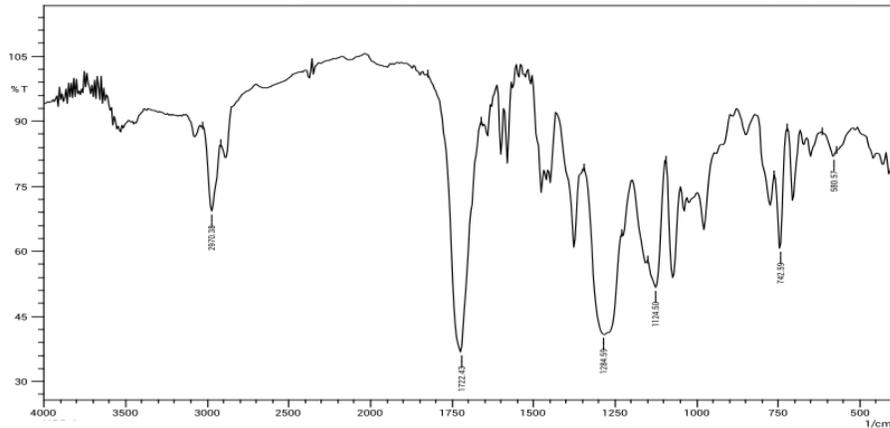
Setelah dibuat perbandingan, selanjutnya campuran *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan UPR diaduk dalam wadah plastik hingga homogen. Pengadukan dilakukan dengan perlahan agar tidak terbentuk gelembung udara yang dapat mengganggu pengujian daya serap gelombang mikro. Komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimasukkan kedalam cetakan yang terbuat dari *silicon rubber*. Cetakan dibuat dengan ketebalan tiga milimeter dan memiliki diameter empat puluh milimeter. Ukuran ini disesuaikan dengan adaptor VNA yang akan digunakan untuk uji daya serap gelombang mikro. Penggunaan *silica rubber* sebagai bahan cetakan karena tidak bereaksi dengan komposit, sehingga sampel tidak rusak dan terkontaminasi dengan bahan lain. Selain itu, *silicon rubber* memiliki sifat elastis sehingga memudahkan dalam mengeluarkan sampel. Cetakan yang berisi komposit kemudian didiamkan pada suhu ruang selama ± 48 jam hingga mengeras untuk selanjutnya dilakukan proses karakterisasi dan diakhiri dengan uji daya serapan gelombang mikro.

### 1. Karakterisasi UPR (*Unsaturated Polyester Resin*)

Poliester resin tak jenuh atau UPR yang digunakan sebagai matriks dalam komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dikarakterisasi menggunakan alat FTIR dengan panjang bilangan gelombang dari 400 cm<sup>-1</sup> sampai dengan 4000cm<sup>-1</sup>. Spektrum UPR hasil karakterisasi dapat dilihat pada Gambar 50.

Hasil spektrum IR UPR dibawah menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 742.59cm<sup>-1</sup> yang merupakan ikatan (-C-H-) pada molekul benzena. Sedangkan puncak yang muncul pada bilangan gelombang 1122.57cm<sup>-1</sup> menunjukkan ikatan (-C=C-) gugus poliester. Puncak pada bilangan gelombang 1284.59cm<sup>-1</sup> menunjukkan ikatan (-C-O-C-) gugus ester yang terdapat pada senyawa UPR, dan puncak pada bilangan gelombang 1722cm<sup>-1</sup> serta 2964.59cm<sup>-1</sup>

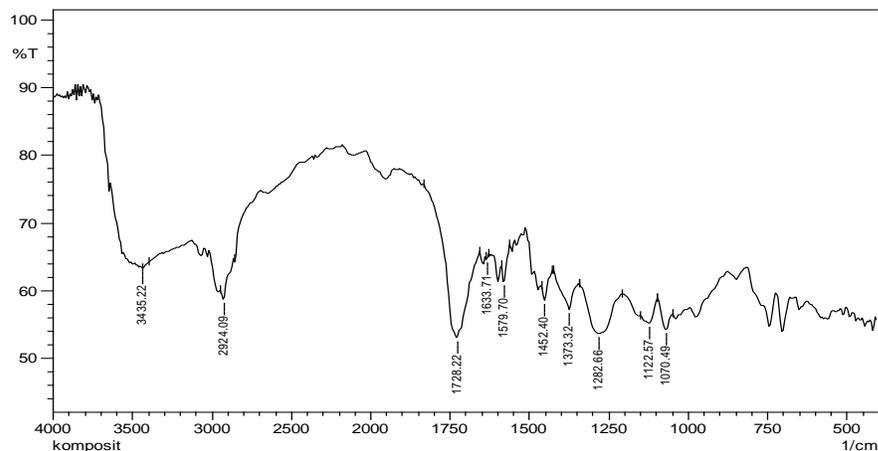
dengan intensitas yang tinggi menunjukkan stretching ikatan (-CH). Hasil spektrum IR UPR diatas jika dibandingkan dengan spektrum IR UPR hasil penelitian Sethuraman *et al.*, (2015) (Gambar 16) adalah hampir sama atau mendekati.



**Gambar 50.** Spektrum IR UPR (*Unsaturated Polyester Resin*)

## 2. Karakterisasi Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Setelah 5 cetakan komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang telah dibuat sebelumnya mengeras, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus yang terdapat pada komposit:

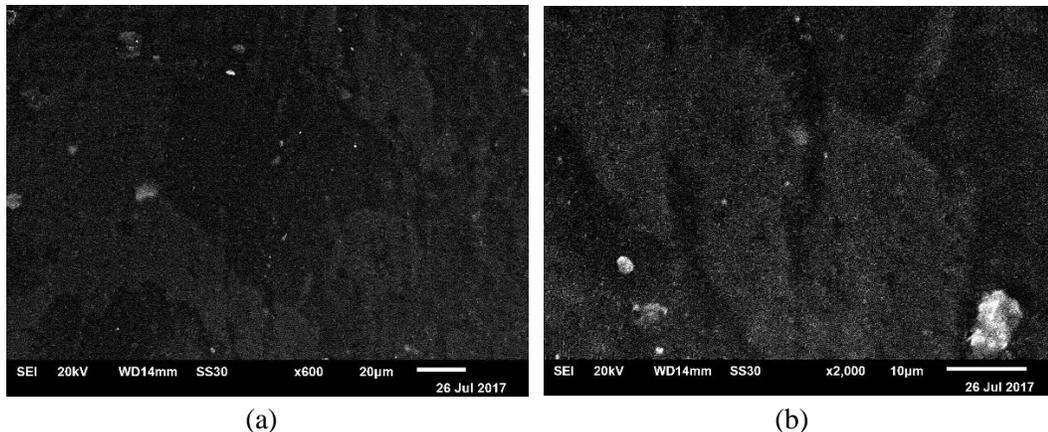


**Gambar 51.** Spektrum IR Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Berdasarkan spektrum IR komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> diatas, dapat diketahui munculnya pita serapan pada panjang gelombang 3435,22cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi dari ikatan O-H dari Si-OH dan H<sub>2</sub>O dari senyawa magnetit. Terlihat karakteristik senyawa UPR dengan adanya gugus fungsi senyawa benzena pada bilangan gelombang 742cm<sup>-1</sup>, poliester pada bilangan gelombang 1122.57

$\text{cm}^{-1}$ , ester pada bilangan gelombang  $1282,66\text{cm}^{-1}$ , stretching ikatan (-CH) pada bilangan gelombang  $1728,66\text{cm}^{-1}$  dan  $2924,09\text{cm}^{-1}$ . Munculnya puncak pada bilangan gelombang  $1070,49\text{cm}^{-1}$  menandakan adanya unsur Si-O dan bilangan gelombang disekitar  $580,57\text{cm}^{-1}$  menandakan adanya unsur Fe-O. Hasil analisis ini dapat membuktikan bahwa modifikasi komposit UPR/*core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  telah berhasil dibuat.

Setelah dilakukan analisis menggunakan instrumen FTIR, selanjutnya komposit dianalisis menggunakan SEM yang berfungsi untuk mengetahui bentuk morfologi dan keberadaan komposit yang berada pada sampel.

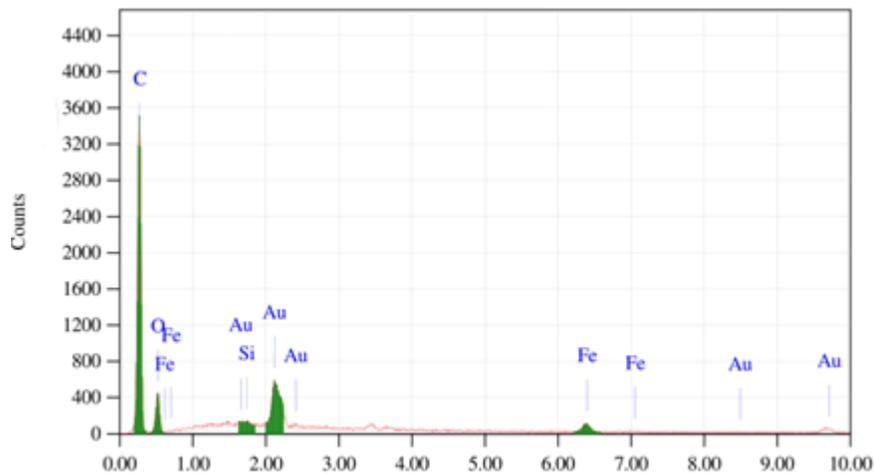


**Gambar 52.** Hasil Karakterisasi SEM Komposit UPR/*Core-Shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .  
(a) Perbesaran 600x dan (b) Perbesaran 2000x

Berdasarkan hasil uji yang dilakukan terhadap komposit menggunakan alat SEM dapat diketahui bahwa antara matriks dan *filler* telah menjadi satu bagian komposit yang solid. Pada perbesaran 600 kali, dapat dilihat bentuk komposit yang solid, begitu juga ketika diperbesar menjadi 2000 kali, bentuk komposit terlihat solid dan menjadi satu bagian utuh sehingga sulit untuk mengidentifikasi senyawa yang terdapat dalam komposit. Sehingga perlu dilakukan uji menggunakan EDX untuk mengetahui keberadaan senyawa dalam komposit.

Hasil uji EDX yang ditunjukkan pada Gambar 53 menunjukkan unsur yang terkandung pada komposit UPR/*Core-Shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ , yaitu Besi (Fe), Silikon (Si), Oksigen (O), Karbon (C), dan Emas (Au). Besar persen (%) massa masing-masing unsur adalah 1,12%, 0,08%, 17,73%, 76,44%, dan 4,63%. Unsur Besi (Fe), Silikon (Si), dan Oksigen (O) berasal dari material *core-shell*  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  dan unsur Karbon (C) berasal dari senyawa UPR. Sedangkan adanya unsur Au disebabkan karena komposit terlebih dahulu di *coating* menggunakan Emas (Au)

agar didapat gambar morfologi yang lebih jelas. Berdasarkan hasil EDX, besar massa Besi dan Silikon sangat sedikit, dan unsur yang memiliki komposisi terbesar merupakan matriks UPR yang mengandung unsur Oksigen dan Karbon. Hasil ini dikarenakan sampel yang digunakan untuk uji SEM-EDX merupakan sampel komposit dengan perbandingan UPR:core-shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$  adalah 90%:10%, sehingga komposisi UPR akan jauh lebih banyak dibandingkan dengan komposisi core-shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ .



**Gambar 53.** Hasil Karakterisasi EDX Komposit UPR/Core-Shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$

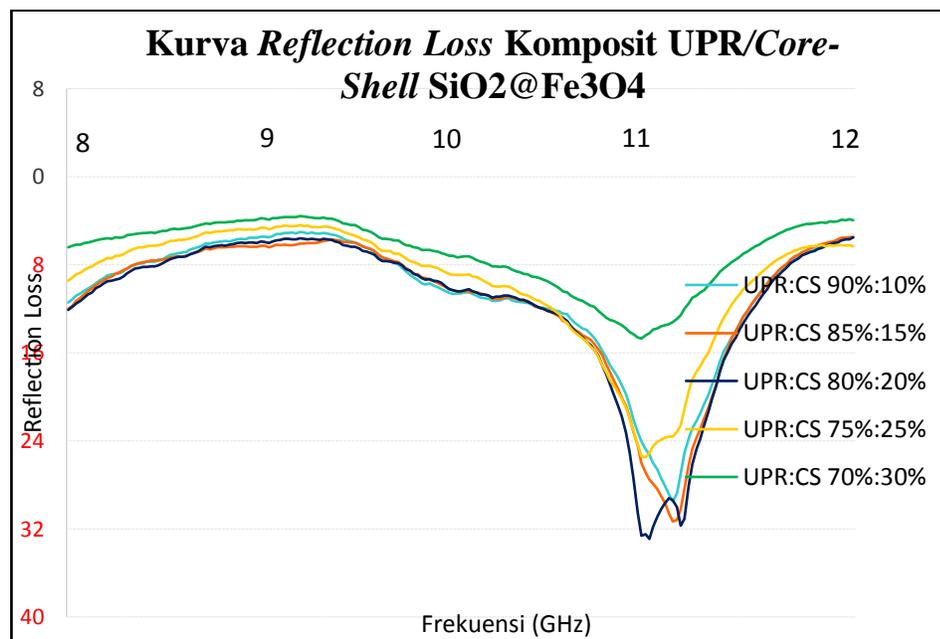
**Tabel 11.** Kandungan Unsur Komposit UPR/Core-Shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$

Unsur	Massa (%)
Fe (Besi)	1,12
Si (Silikon)	0,08
O (Oksigen)	17,73
C (Karbon)	76,44
Au (Emas)	4, 63

Berdasarkan hasil-hasil uji yang telah dilakukan, maka sudah dapat disimpulkan bahwa sudah terbentuk komposit UPR/core-shell  $\text{SiO}_2@Fe_3O_4$ . Sehingga komposit hasil sintesis ini sudah siap digunakan untuk uji daya serap terhadap gelombang mikro.

#### D. Uji Daya Serapan Maksimum Gelombang

Uji daya serapan maksimum gelombang menggunakan komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan dengan alat VNA (*Vector Network Analyzer*) ADVANTEST R3770 dengan rentang frekuensi 300kHz-20GHz. Material komposit diuji pada rentang gelombang *X-band* yaitu pada panjang gelombang 8 GHz-12 GHz. Hasil uji menggunakan VNA ditampilkan sebagai berikut:



**Gambar 54.** Kurva *Reflection Loss* Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Gambar diatas merupakan gabungan data dari lima perbandingan komposit yang telah ditentukan sebelumnya. Berikut penjelasan mendetail mengenai Gambar 54:

##### 1. *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 10%

Hasil pengujian VNA terhadap komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa masing-masing sebesar 90%:10% menunjukkan serapan elektromagnetik dengan intensitas tertinggi pada frekuensi 11 GHz dan *reflection loss* sebesar -26,619 dB.

##### 2. *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 15%

Hasil pengujian VNA terhadap komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa masing-masing 85%:15% menunjukkan serapan elektromagnetik dengan intensitas tertinggi pada frekuensi 11 GHz dan *reflection loss* sebesar -28,385 dB.

### **3. *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 20%**

Hasil pengujian VNA terhadap komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa masing-masing 80%:20% menunjukkan serapan elektromagnetik dengan intensitas tertinggi pada frekuensi 11 GHz dan *reflection loss* sebesar -30,941 dB.

### **4. *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 25%**

Hasil pengujian VNA terhadap komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa masing-masing 75%:25% menunjukkan serapan elektromagnetik dengan intensitas tertinggi pada frekuensi 11 GHz dan *reflection loss* sebesar -24,219 dB.

### **5. *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 30%**

Hasil pengujian VNA terhadap komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan perbandingan massa masing-masing 70%:30% menunjukkan serapan elektromagnetik dengan intensitas tertinggi pada frekuensi 11 GHz dan *reflection loss* sebesar -13,763 dB.

Data yang diperoleh menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi *filler core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ke dalam matriks UPR menambah kemampuan serapan gelombang mikro komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> cukup besar. Serapan terbaik ditunjukkan pada komposisi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 80%:20% yaitu sebesar -30,941 dB pada frekuensi 11 GHz. Hasil ini menyatakan bahwa penyerapan optimum gelombang mikro tidak mutlak terjadi pada penambahan *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan presentasi massa yang lebih tinggi. Hal ini disebabkan karena resin UPR merupakan material dengan nilai permitivitas baik yang ditunjukkan dengan besar nilai konstanta dielektriknya, yaitu 4,5 (Kabusa, 2012). Sehingga besar massa UPR juga mempengaruhi kemampuan menyerap gelombang mikro pada sampel.

Berdasarkan hasil analisis, maka dapat disimpulkan modifikasi silika dengan magnetit menjadi *core-shell* sangat mempengaruhi kemampuan menyerap gelombang mikro. Pada penelitian sebelumnya, penggunaan material magnetit sebagai *filler* hanya mampu menyerap gelombang mikro secara maksimal sebesar -11,74 dB pada frekuensi 10,44 GHz dengan komposisi UPR/magnetit 90%:10% (Muzaki, R. 2016). Sedangkan penggunaan silika yang dikompositkan dengan magnetit dan UPR juga hanya mampu menyerap gelombang mikro secara maksimal sebesar -14,45 dB pada 10 GHz dengan komposisi UPR/SiO<sub>2</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1:1 (Kurnianto, D.H, 2017). Material *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mampu menjadi salah satu material sangat baik yang dapat digunakan untuk menyerap gelombang mikro.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. KESIMPULAN**

Berdasarkan pembahasan tentang hasil dari penelitian pengaruh komposisi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terhadap kemampuan serapan gelombang mikro, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Komposisi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mempengaruhi perubahan serapan terhadap gelombang mikro.
2. Komposisi komposit UPR/*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang memiliki serapan optimum adalah pada perbandingan massa UPR:*core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> masing-masing 80%:20%.
3. Serapan optimum gelombang mikro terjadi pada frekuensi 11 GHz dengan kemampuan serapan sebesar -30,941 dB.

#### **B. SARAN**

Untuk menyempurnakan hasil penelitian mengenai material komposit penyerap gelombang mikro, maka disarankan:

1. Perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan TEM (*Transmission Electron Microscopy*) guna mengetahui bentuk morfologi dan ukuran *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> secara lebih jelas.

## DAFTAR PUSTAKA

- Accuratus. 2013. *Fused Silica Material Properties*. New Jersey: Phillipsburg.
- Anam, C., Sirojudin., Firdausi, K.S. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*, **10** (1), 79-85.
- Andreas, A., Kristianto, H., Fitriani, D.K. 2016. Sintesis Nanosilika dari Sekam Padi Menggunakan Metode Sol Gel dengan Pelarut Etanol. *Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*, L3-1 - L3-7.
- Astuti, P., Airin, C.P., Widiyanto, S., Hana, A., Maheshwaris, H., Sjahfirdi, L. 2014. *Fourier Transform Infrared* Sebagai Metode Alternatif Penetapan Tingkat Stres pada Sapi. *Jurnal Veteriner*, **15** (1), 57-63
- Blaney, L. 2007. *Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>): Properties, Synthesis, and Applications*. Lehigh University.
- Brinker, C.J., Scherer, G.W. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Boston: Academic Press.
- Chandra, U. 2011. *Microwave Heating*. Croatia: Intech.
- Chauhan, A., Chauhan, P. 2014. Powder XRD Technique and its Applications in Science and Technology. *J Anal Bioanal Tech*, **5** (5), 1-5.
- Dermayu, S.S. 2012. Pengaruh Komposisi CuO terhadap Penyerap Gelombang Mikro pada Pembuatan Magnet Barium Heksaferit (BaFe<sub>12x</sub>Cu<sub>x</sub>O<sub>19</sub>). Sumatera Utara: FMIPA USU.
- Dholakiya, B. 2012. *Unsaturated Poliester Resin for Specialty Applications*, in H. El-Din. M. Saleh (Eds), Poliester. Cairo: InTech.
- Duhan, S., Devi, S. 2010. Synthesis and Structural Characterization of Iron Oxide- Silica Nanocomposites Prepared by The Sol-Gel Method. *International Journal of Electronic Engineering*. **2** (1),89-92.
- Fernandez, B.R. 2011. Sintesis Nanopartikel. Padang: Pascasarjana Andalas.
- Grimes, C.A., Mungle, C., Kouzoudis, D., Fang, S., Eklund, P.C. 2000. The 500 MHz to 5.50 GHz Complex Permittivity Spectra of Singlewall Carbon

- Nanotube-Loaded Polymer Composites. *Chemical Physics Letters*, **319** (5-6). pp. 460-464.
- Hadi, S. 2012. *Sintesis Silika Amorf Berbasis Pasir Alam Bancar dengan Metode Kopresipitasi*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Handoyo, K. 1996. *Kimia Anorganik*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Hutomo, D.K. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Absorber Gelombang Elektromagnetik Komposit Berbasis UPR dengan Filler  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari Pasir Besi dan  $\text{SiO}_2$  dari Sekam Padi (Skripsi). Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta.
- Ibrahim, G.E., El-Ghorab, El-Massry., Osman, F. 2012. Effect of Microwave Heating on Flavour Generation and Food Processing. *Intech*, **2**, 1-29.
- Jal, P.K., Patel, S., Mishra, B.K. 2004. Chemical Modification of Silica Surface by Immobilization of Functional Groups for Extractive Concentration of Metal Ions. *Elsevier: Talanta*, **62**, 1005-1028.
- Kalapathy, U., Proctor, A., Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Elsevier*, 257-262.
- Kamath, S.R., Proctor, A. 1998. Silica Gel from Rice Hull Ash: Preparation and Characterization. *Cereal Chemistry*, **75**:484-487.
- Latif, C. Trikiwantoro, Munasir. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Struktur Silika. *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, **3** (1), B4-B7.
- Linda, E.Y.L., Astuti. 2012. Sintesis Nanokomposit PANi/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Sebagai Penyerap Magnetik pada Gelombang Mikro. *Jurnal Fisika Unand*, **1** (1), 37-44.
- Liu, J., Cheng, J., Che, R. 2013. Synthesis and Microwave Absorption Properties of Yolk-Shell Microspheres with Magnetic Iron Oxide Core and Hierarchical Copper Silicate Shell. *Applied Materials and Interfaces*, **5**, 2503-2509.
- Ma, M., Zhang, Y., Yu, W., Shen, H., Zhang, H., Gu, N. 2003. Preparation and Characterization of Magnetic Nanoparticles Coated by Amino Silane. *Elsevier*, 219-226.

- Mascolo, M.C., Pei, Y., Ring, T.A. Room Temperature Co-Precipitation Synthesis of Magnetite Nanoparticles in a Large pH Window with Different Bases. *Materials*, **6**, 5549-5567
- Merdekani, S. 2013. Sintesis Partikel Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan Metode Kopresipitasi. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR–BATAN*, 472-77.
- Moskowitz, B.M. 1990. *Classes of Magnetic Materials*. Minneapolis: University of Minnesota.
- Mujiyanti, D.R., Nuryono, Kunarti, E.S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Dimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia*, **4** (2), 150-167.
- Mukti, K. 2012. *Makalah Fabrikasi dan Karakterisasi XRD (X-Ray Diffractometer)*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Music, S., Filipovic-Vincekovic, N., Sekovanic, L. 2011. Precipitation of Amorphous SiO<sub>2</sub> Particles and Their Properties. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, **28** (1), 89-94.
- Muzaki, R. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Komposit UPR/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai Penyerap Gelombang Elektromagnetik (Skripsi). Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta.
- Nopianingsih, N.N.S., Sudiarta, I.W., Sulihingtyas, W.D. 2015. Sintesis Silika Gel Termodifikasi Difenilkarbazon dari Abu Sekam Padi Melalui Teknik Sol-Gel. *Jurnal Kimia*, **9** (2), 226-234.
- Nurhasni, Hendrawati, Saniyyah, N. 2014. Sekam Padi untuk Menyerap Ion Logam Tembaga dan Timbal dalam Air Limbah. *Valensi*, **4** (1), 36-44.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*. New York: John Wiley & Sons.
- Patabang, D. 2012. Karakteristik Termal Briket Arang Sekam Padi dengan Variasi Bahan Perikat. *Jurnal Mekanikal*, **3**, Hal: 286-292.
- Respati, S.M.B. 2008. Macam-Macam Mikroskop dan Penggunaannya. *Momentum*, **4** (2), 42-44.
- Ritonga, P.R.W. 2015. Pengaruh Desinfeksi Gigitiruan dengan Energi Microwave dan Larutan Kumur Klorheksidin terhadap Jumlah Candida

albicans pada Pemakai Gigitiruan penuh Resin Akrilik Polimerisasi Panas. Sumatera Utara: Fakultas Kedokteran USU.

Rosyidi, J.S. 2013. *Perbandingan Karakteristik Antara Briket-Briket Berbahan Dasar Sekam Padi Sebagai Energi Terbarukan*. Jawa Timur: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Sapei, L., Samuel, K.P., Sutejo A., Theresia, L. 2012. Karakterisasi Silika Sekam Padi dengan Variasi Temperatur *Leaching* Menggunakan Asam Asetat. *Jurnal Teknik Kimia*, **9** (2), 38 – 43.

Saragih, J. 2014. *Pengaruh Komposisi Serbuk Tempurung Kelapa Sebagai Pengisi Komposit Poliester Tak Jenuh terhadap Sifat Mekanik dan Penyerapan Air*. Sumatera Utara: Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara.

Sartika, A.K. 2010. *Resin Poliester Tak Jenuh untuk Imobilisasi Resin Bekas Pengolah Simulasi Limbah Radioaktif Cair*. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.

Sethuraman, R., Alagar, L.M. 2015. *Surface Free Energy and Dielectric Properties of Vinyltriethoxysilane Functionalized SBA-15 Reinforced Unsaturated Polyester Nanocomposites*. India: Department of Chemical Engineering.

Sholikha, I., Friyatmoko, W.K., Utama, E.D.S., Listiyanti, Widyaningsih, D. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Abu Sekam Padi (Oryza Sativa) dengan Variasi Konsentrasi Pengasaman*. Yogyakarta: FMIPA

Skolnik, M.I. 1981. *Radar Handbook*. California: McGraw Hill.

Siregar, N. 2015. *Studi Sintesis dan Karakteristik Film Tipis ZnO dengan Metode Sol – Gel Spin Coating*. Sumatera Utara: Universitas Sumatera Utara.

Soeswanto, B., Lintang, N. 2011. Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi Menjadi Natrium Silikat. *Jurnal Fluida*, **7** (1), 18-22.

Stepins, D., Asmanis, G., Asmanis, A. 2014. Measuring Capacitor Parameters Using Vector Network Analyzers. *Electronics Journal*, **18** (1), 29-39.

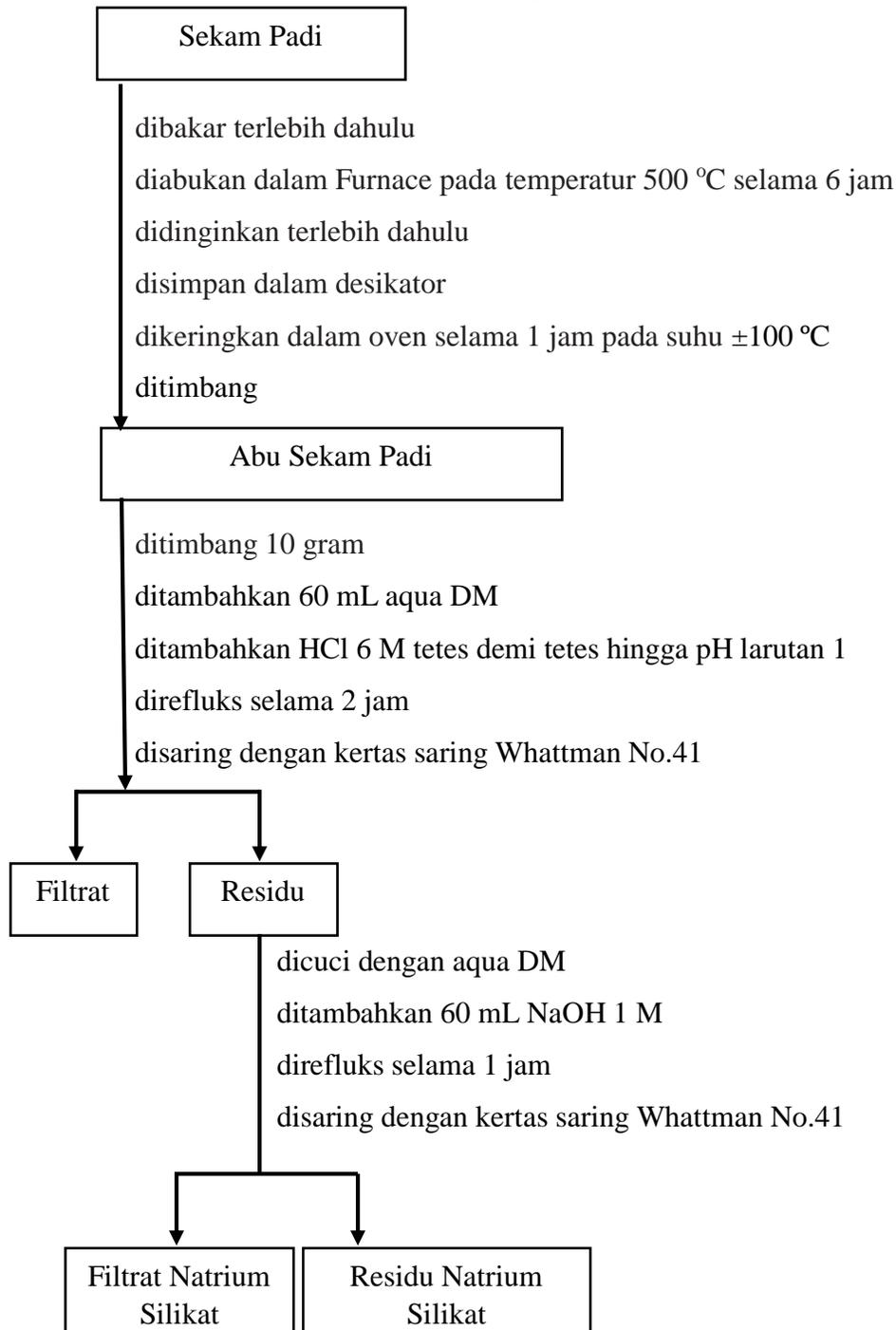
Srivastava, V., Sharma, Y.C. 2014. Synthesis and Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@n-SiO<sub>2</sub> Nanoparticles from an Agrowaste Material and Its Application for the Removal of Cr(VI) from Aqueous Solutions. *Water Air Soil Pollut*, **225** (1776), 1-16.

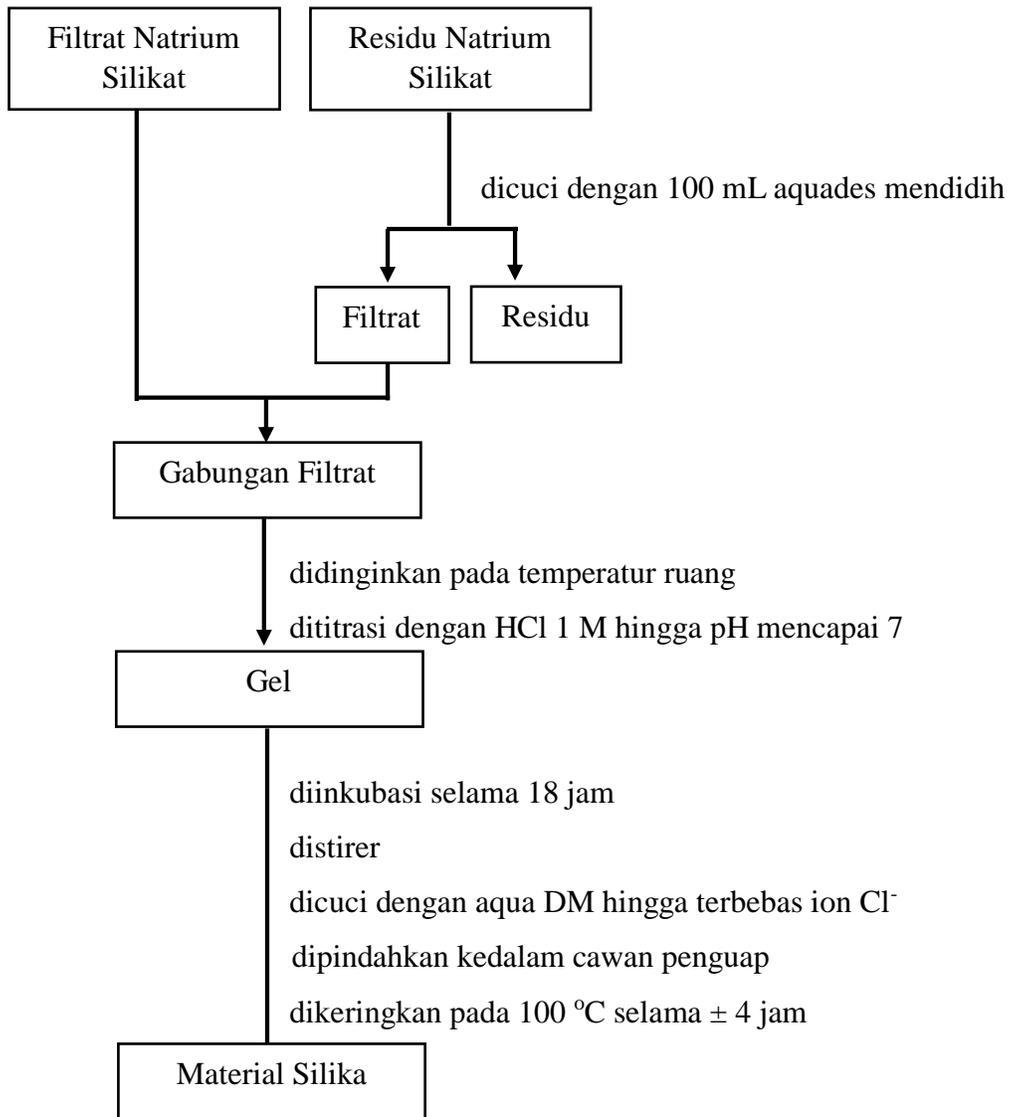
- Srivastava, V., Singh, P.K., Weng, C.H., Sharma, Y.C. 2011. Economically Viable Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles and Their Characterization. *Polish Journal of Chemical Technology*, **2** (13), 1-5.
- Sulastri, S., Kristianingrum, S. 2010. Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi, dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*. K-211 – K-216.
- Susita, L.R.M., Sujitno, T. 2008. Analisa Struktur Kristal Lapisan Tipis Aluminium pada Substrat Kaca Menggunakan XRD. *Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan*, **10**, 133-138.
- Syamsir, A., Astuti. 2012. Sintesis Nanokomposit PAni/TiO<sub>2</sub>/Karbon Sebagai Penyerap Gelombang Mikro. *Jurnal Fisika Unand*, **1** (1), 45-52.
- Tananta, L., Susanti, D., Purwaningsih, H. 2011. Sintesa Tungsten Trioksida Nanopartikel dengan Metode Sol Gel dan Proses Kalsinasi. *Jurnal Teknik Material dan Teknik Metalurgi*, 1-10.
- Teja, A.S., Koh, P. 2009. Synthesis, Properties, and Application of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, (55), 22-45.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol-Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010*, E-20-1 – E-20-8.
- Xiang, C., Pan, Y., Liu, X., Sun, X., Shi, X., Guo, J. 2005. Microwave Attenuation of Multiwalled Carbon Nanotube- Fused Silica Composites. *Applied Physics Letters*, **87** (12).
- Xu, Y., Zhou, Y., Ma, W., Wang, S. 2013. A Fluorescent Sensor for Zinc Detection and Removal Based on Core-Shell Functionalized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Jurnal of Nanomaterials*, 1-7.
- Zou, J., Peng, Y.G., Tang, Y.Y. 2014. A Facile Bi-phase Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> Core-Shell Nanoparticles with Tunable Film Thicknesses. *Royal Society of Chemistry*, **4**, 9693-9700.

## LAMPIRAN

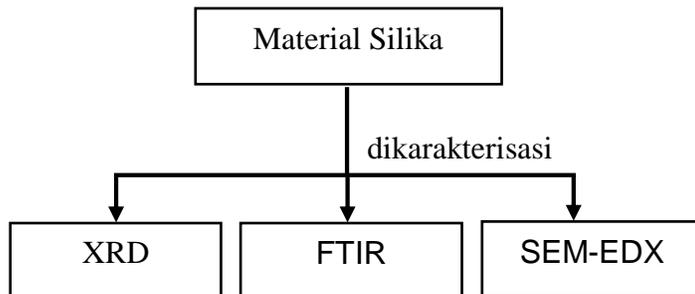
### Lampiran 1. Bagan Alir

#### A. Sintesis Silika dari Sekam Padi dengan Metode Sol-Gel

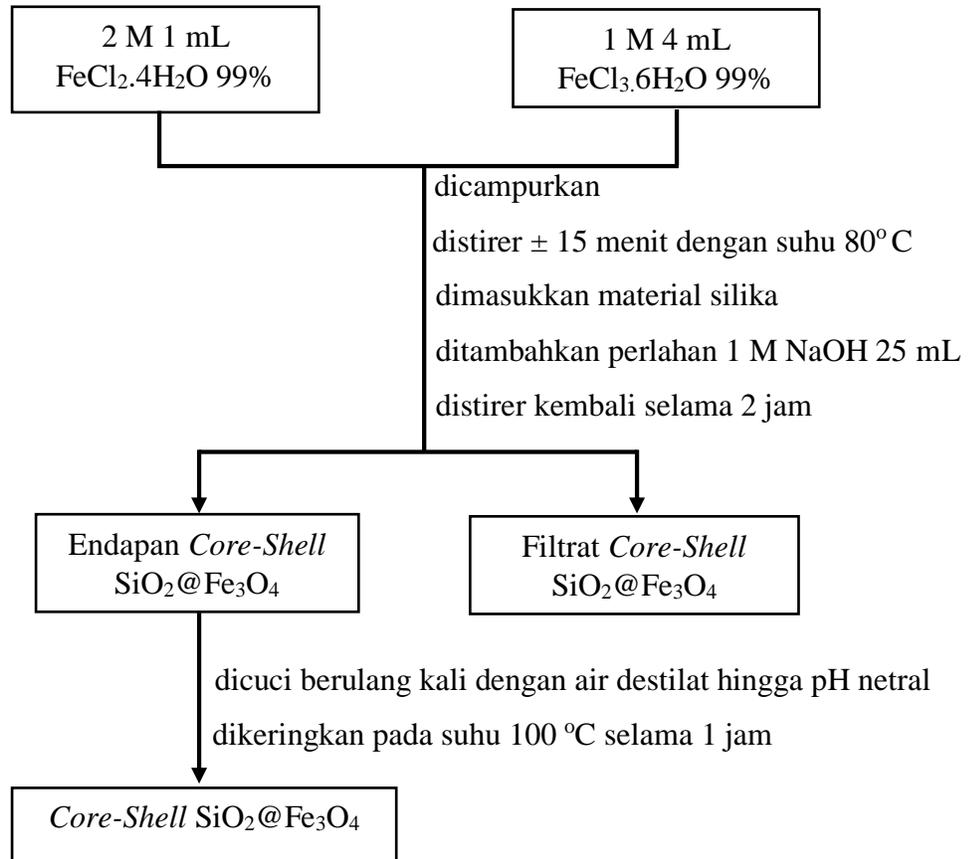




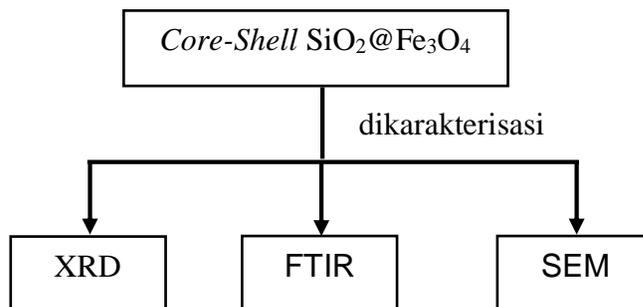
B. Karakterisasi Material Silika



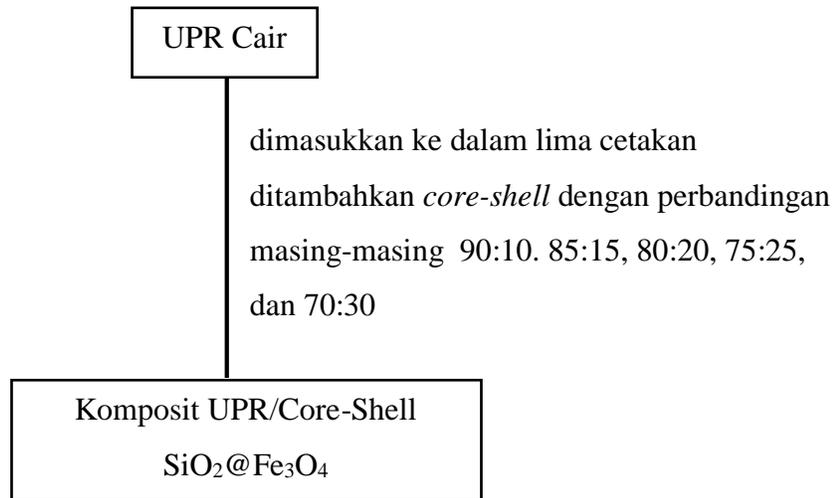
C. Sintesis dan Modifikasi *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



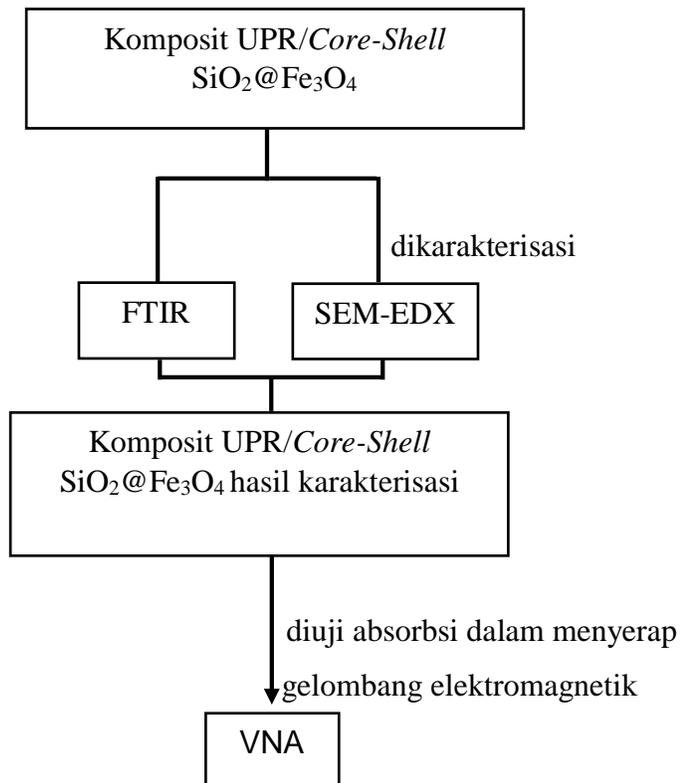
D. Karakterisasi *Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



E. Sintesis Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



F. Karakterisasi Komposit UPR/*Core-Shell* SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



## DAFTAR RIWAYAT HIDUP



INES BELLA AGUSTINA dilahirkan pada tanggal 14 Agustus 1995 di Kota Jakarta, DKI Jakarta. Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Hendra Agustian dan Ibu Nurhasanah. Pendidikan formal yang pernah ditempuh penulis adalah SD Negeri 08 Pagi Jakarta Timur (2001-2007), SMP Negeri 213 Jakarta Timur (2007-2010) dan SMA Negeri 36 Jakarta Timur (2010-2013). Penulis melanjutkan pendidikan program studi S1 Jurusan Kimia di

Universitas Negeri Jakarta. Selama kuliah penulis pernah melakukan kunjungan ke beberapa industri, seperti PT. Krakatau Steel, PT. Coca Cola Amatil Indonesia, PT. Biofarma, dan PT. Indonesia Power. Penulis juga pernah melakukan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Cijaya, Purwakarta. Selain itu penulis sudah pernah mengikuti Kuliah Kerja Lapangan dan mengunjungi beberapa industri diluar Jakarta, seperti PT. Semen Indonesia dan PT. Sari Roti. Selama kuliah penulis juga menjadi Asisten Dosen Praktikum Kimia Dasar dan Praktikum Struktur dan Fungsi Biomolekul. Pengalaman penulis selain itu adalah menjadi guru privat seluruh pelajaran untuk SD dan SMP selama penulis menyelesaikan studi di Universitas Negeri Jakarta.