

KARAKTERISTIK SILIKA SEKAM PADI DARI PROVINSI LAMPUNG YANG DIPEROLEH DENGAN METODE EKSTRAKSI

Irwan Ginting Suka
Wasinton Simanjuntak
Simon Sembiring
Evi Trisnawati

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, Jl. Sumantri Brojonegoro No. 1, Bandar Lampung 35145
e-mail: irwanginting@yahoo.com

Abstract: This study was carried out to investigate the characteristics of silica extracted from rice husk obtained from rice farming region of Tanggamus, the Province of Lampung. The silica was obtained using sol-gel method, which involves extraction of silica using alkalis solution and gelation of the silica using acid solution. It was found that the highest yield was obtained from the extraction using 5% KOH solution with the extraction time of 60 minutes, and gelation pH of 7.0. Characterization of the silica using FTIR spectroscopy revealed the existence of several functional groups including hydroxyl and siloxane. Analysis of the samples using XRD method revealed that the sample is mainly amorphous, with additional phase of cristobalite as a minor phase. SEM analysis indicates the existence of various particle sizes distributed irregularly, which reflects that homogeneous sample has not been achieved in this study.

Kata kunci: silika, sekam padi, alkali ekstraksi.

Padi merupakan komoditas pertanian utama di berbagai daerah di Indonesia, termasuk Provinsi Lampung yang mempunyai lahan pertanian padi seluas 476.436 ha dengan produksi padi sekitar 1.800 ton per tahun (Biro Pusat Statistik Provinsi Lampung, 2004). Dari produksi tersebut dihasilkan sekam sekitar 360.000 ton, yakni sekitar 20% dari berat padi, namun potensi ini belum banyak digali hingga saat ini. Salah satu potensi yang dapat dikembangkan dari sekam padi adalah silikanya, yang kandungannya dapat mencapai 94% dari abu sekam padi (Kamath dan Proctor, 1998; Kalapathy *dkk.*, 2000; Daifullah *dkk.*, 2003). Data di atas menggambarkan bahwa sekam padi mempunyai potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber silika, sehingga nilai ekonomis dari residu pertanian ini dapat ditingkatkan.

Selain didukung oleh jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan cara ekstraksi alkalis (Kalapathy *dkk.*, 2000; Daifullah *dkk.*, 2003) atau dengan pengabuan (Rohaeti, 1989; Hamdan *dkk.*, 1997; Singh *dkk.*, 2002;

Harsono, 2002; dan Laksmono, 2002). Metode ekstraksi didasarkan pada kelarutan silika amorf yang besar dalam larutan alkalis seperti KOH, Na₂CO₃, atau NaOH, dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti asam klorida, asam sitrat dan asam oksalat. Dengan prosedur ini, padatan silika dengan kemurnian sekitar 93% dapat diperoleh.

Potensi pengembangan silika sekam padi juga didasarkan pada luasnya pemanfaatan material berbasis silika dalam industri dewasa ini. Sebagai gambaran, silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis (Rawtani, dan Rao, 1989), katalis, dan berbagai jenis komposit organik-anorganik (Sun & Gong, 2001; Kim *dkk.*, 2004). Selain dalam bentuk produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak sayur, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, sebagai fase diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (*filler*) polimer dan sebagai adsorben (Kamath dan Proctor, 1998; Sun dan Gong, 2001; Kim *dkk.*, 2004).

Pemanfaatan silika yang demikian luas, seperti dipaparkan di atas, dan potensi sekam padi yang

terdapat di Provinsi Lampung merupakan pendorong pelaksanaan penelitian ini. Secara garis besar, penelitian ini dilakukan untuk memperoleh silika sekam padi dengan cara ekstraksi alkalis dan karakterisasi silika yang diperoleh. Dalam penelitian ini, ekstraksi silika dilakukan menggunakan larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda untuk mendapatkan konsentrasi optimum berdasarkan rendemen tertinggi. Karakterisasi dilakukan dengan spektroskopi infra merah (FT-IR), XRD, dan SEM untuk mendapatkan data tentang sifat fisiko-kimia silika yang diperoleh.

METODE

Preparasi Sekam Padi

Sekam padi yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari daerah Talang Padang, Kabupaten Tanggamus, yang merupakan salah satu pusat penghasil beras di Provinsi Lampung. Sebanyak 100 gram sekam padi direndam dalam air panas selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut air sehingga bahan ini tidak menjadi pengotor dalam proses ekstraksi silika. Bahan organik larut air yang kemungkinan masih menempel pada permukaan sekam dihilangkan dengan pencucian berulang menggunakan air panas. Sekam padi yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan dan siap digunakan untuk ekstraksi silika.

Ekstraksi Silika dari Sekam Padi, Penentuan Konsentrasi KOH, dan pH Pengendapan Optimum

Untuk maksud ini, sebanyak 50 gram sekam padi direndam dalam larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda yakni 0,5, 1, 5, dan 10%. Sampel kemudian dipanaskan hingga mendidih selama 1 jam, lalu didiamkan selama 1 malam. Masing-masing sampel kemudian disaring untuk mendapatkan filtrat yang mengandung silika terlarut, lalu filtrat dibagi menjadi enam bagian. Ke dalam masing-masing bagian kemudian ditambahkan larutan HCl 10%, hingga mempunyai pH berturut-turut sebesar 4,7; 5,1; 7,0; 7,4; 7,6; dan 8,4. Endapan yang terbentuk selanjutnya disaring dengan pompa vakum sambil dibilas dengan aquades panas, hingga air bilasan bersifat netral (dipantau dengan kertas lakmus). Endapan silika selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 3 jam, lalu didinginkan hingga suhu kamar, kemudian ditimbang. Berdasarkan rendemen yang diperoleh didapatkan konsentrasi KOH dan pH pengendapan yang optimum.

Penentuan Waktu Ekstraksi Optimum

Untuk tujuan ini, sebanyak 50 gram sekam padi direndam dalam larutan KOH dengan menggunakan konsentrasi KOH optimum di atas. Campuran dipanaskan dengan waktu bervariasi yaitu 30 menit, 1, 2, dan 3 jam, lalu didiamkan selama 1 malam. Larutan kemudian disaring untuk mendapatkan filtrat yang mengandung silika terlarut selanjutnya diendapkan dengan larutan HCl 10% menggunakan pH optimum. Masing-masing endapan yang terbentuk selanjutnya disaring dengan pompa vakum sambil dibilas dengan aquades panas, hingga air bilasan bersifat netral (dipantau dengan kertas lakmus). Endapan silika dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 110 °C selama 3 jam, kemudian didinginkan hingga suhu kamar lalu ditimbang. Berdasarkan rendemen yang diperoleh, didapatkan waktu ekstraksi yang optimum.

Karakterisasi Silika dari Sekam Padi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi analisis fungsional dengan FT-IR, analisis fase menggunakan difraksi sinar-X (XRD), dan analisis karakteristik permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

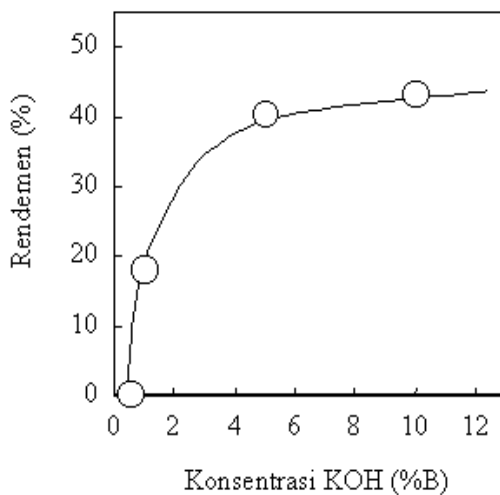
HASIL DAN PEMBAHASAN

Kondisi Optimum untuk Ekstraksi Silika

Seperti telah dipaparkan sebelumnya, dalam penelitian ini dilakukan serangkaian percobaan ekstraksi silika dengan tujuan mendapatkan kondisi optimum berdasarkan rendemen silika yang diperoleh dengan penerapan variabel ekstraksi yang meliputi konsentrasi KOH, waktu ekstraksi, dan pH. Pada tahap pertama, ekstraksi dilakukan menggunakan larutan KOH dengan konsentrasi yang berbeda menggunakan waktu ekstraksi 60 menit berdasarkan hasil penelitian sebelumnya (Daifullah *dkk.*, 2004). Filtrat yang diperoleh selanjutnya diasamkan dengan HCl 10% hingga pH mencapai 7,0. Pemilihan nilai pH ini didasarkan pada sifat silika yang tidak larut dalam media dengan suasana netral, sehingga pada kondisi ini pengendapan silika diharapkan berlangsung secara optimal. Data percobaan yang diperoleh disajikan dalam Gambar 1.

Seperti terlihat dalam Gambar 1, kecenderungan peningkatan rendemen dengan kenaikan konsentrasi larutan KOH yang digunakan sangat jelas hingga batas yang digunakan (10%). Hasil ini menunjukkan bahwa konsentrasi alkali sangat menentukan jumlah silika yang mampu diekstraksi.

Namun demikian, terlihat juga bahwa ekstraksi dengan larutan KOH 5 dan 10% ternyata memberikan hasil (rendemen) yang tidak jauh berbeda, yakni sebesar 40,8% dengan KOH 5%, dan 41,6% dengan KOH 10%. Atas dasar kedekatan hasil tersebut dan dengan mempertimbangkan biaya, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi KOH optimum adalah 5%. Hasil penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilaporkan oleh Kalapathy *dkk.* (2000) yang juga melakukan ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan larutan KOH dan menemukan 5% sebagai konsentrasi optimum. Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini jauh lebih baik dari yang dilaporkan oleh Daifullah *dkk.* (2003), di mana konsentrasi KOH optimum adalah 20%, dengan rendemen yang lebih kecil dari yang dicapai dalam penelitian ini.

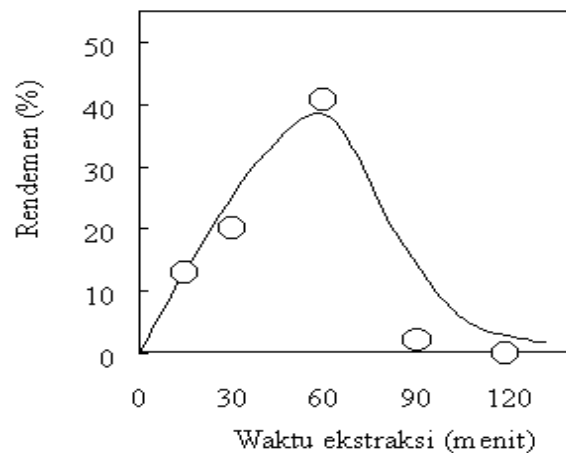


Gambar 1. Pengaruh Konsentrasi KOH pada Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.

Untuk mengevaluasi pengaruh pH terhadap rendemen, filtrat yang diperoleh dari percobaan ekstraksi dengan KOH 5% dengan waktu ekstraksi 60 menit diasamkan dengan larutan HCl 10% hingga mencapai pH yang berbeda dan endapan silika kering dari tiap perlakuan ditimbang untuk menghitung rendemen. Data yang diperoleh dari percobaan tersebut disajikan dalam Tabel 1.

Seperti terlihat data pada Tabel 1, rendemen untuk perlakuan pada pH di atas 7,0 tidak dapat

dihitung karena pada perlakuan pada pH 8,5 pembentukan gel tidak terjadi, sementara pada perlakuan dengan pH 7,5 gel hanya terbentuk secara temporer dan terlarut kembali dalam waktu singkat. Hasil percobaan dengan pH di bawah 7,0 menunjukkan terjadinya pembentukan endapan dengan ukuran butir yang beragam, sehingga kondisi ini dianggap kurang mendukung pada penerapan teknologi sol-gel terhadap silika.



Gambar 2. Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Rendemen Silika yang Dihasilkan

Tahap selanjutnya adalah percobaan untuk mempelajari pengaruh waktu ekstraksi terhadap rendemen yang dihasilkan. Untuk maksud ini sampel diekstraksi menggunakan larutan KOH 5%, yang merupakan konsentrasi optimum berdasarkan percobaan sebelumnya, dengan waktu ekstraksi yang berbeda, yakni 30 menit, 1, 2, dan 3 jam. Filtrat dari masing-masing percobaan selanjutnya diasamkan dengan HCl 10% hingga mencapai pH = 7,0 yang merupakan pH optimum berdasarkan percobaan sebelumnya. Gel yang dihasilkan dari proses ini selanjutnya diperlakukan dengan cara yang sama seperti pada percobaan sebelumnya untuk menghitung rendemen silika yang diperoleh dari masing-masing perlakuan. Data yang diperoleh dari percobaan disajikan dalam Gambar 2.

Tabel 1. Pengaruh pH Pembentukan Gel terhadap Rendemen Silika yang Diperoleh

pH	Rendemen (%)	Keterangan
4,7	–	Tidak menghasilkan gel, tetapi endapan dengan ukuran butir yang sangat beragam.
5,1	–	Tidak menghasilkan gel, tetapi endapan dengan ukuran butir yang sangat beragam.
7,0	40,8	Gel terbentuk dengan baik dan mengalami pemantapan setelah dibiarkan selama 1 malam.
7,5	–	Gel hanya terbentuk secara temporer dan terlarut kembali
8,5	–	Gel tidak terbentuk

Waktu Ekstraksi = 60 menit, pH Pembentukan Gel = 7,0.

Hasil percobaan yang disajikan dalam Gambar 2 menunjukkan dengan jelas bahwa terlihat waktu ekstraksi selama 60 menit merupakan waktu optimum. Ekstraksi dengan waktu lebih pendek menunjukkan rendemen yang jauh lebih kecil dibanding dengan yang didapatkan dari ekstraksi dengan waktu optimum di atas. Hal ini mengindikasikan bahwa proses ekstraksi silika berlangsung secara bertahap, hingga mencapai jumlah maksimum yang dapat terekstrak. Perlakuan dengan waktu ekstraksi yang lebih lama ternyata larutan menghasilkan filtrat yang sangat sedikit dan pengasaman filtrat tersebut hanya menghasilkan silika yang sangat sedikit. Hasil ini mengindikasikan bahwa waktu ekstraksi yang terlalu lama mengakibatkan sebagian besar silika yang sudah terlarut sebelumnya terserap kembali oleh sekam, sehingga tidak terikut dalam filtrat.

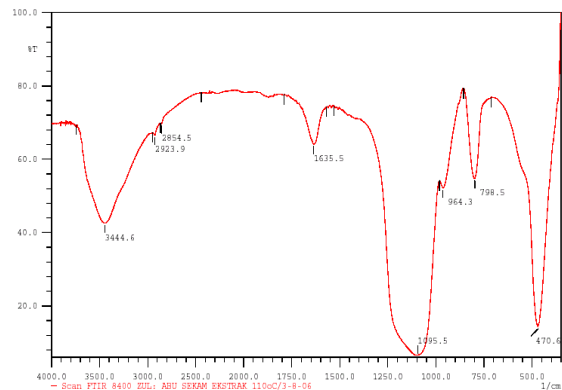
Karakterisasi Sampel

Karakterisasi dengan FTIR

Silika yang diperoleh dari sekam padi dengan metode ekstraksi dianalisis dengan FTIR dan spektrumnya diperlihatkan pada Gambar 3. Spektrum menunjukkan beberapa puncak yang menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi dalam sampel, baik yang dimiliki oleh silika atau gugus fungsi yang dari pengotor yang tidak dapat dibersihkan seluruhnya. Puncak utama yang diyakini berkaitan dengan gugus fungsi pada silika adalah pada bilangan gelombang $3444,6\text{ cm}^{-1}$. Puncak ini merupakan puncak yang khas untuk vibrasi ulur gugus -OH (gugus hidroksil). Dengan demikian, dalam silika yang digunakan sebagai sampel diyakini terdapat gugus hidroksil, yang menunjukkan ikatan Si-OH atau silanol (Lin *dkk.*, 2001), meskipun sumbangan gugus hidroksil dari molekul air yang terhidrasi juga tidak dapat diabaikan (Daifullah *dkk.*, 2003). Puncak kedua yang diyakini menunjukkan gugus fungsi silika adalah puncak pada bilangan gelombang $1095,5\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan Si-O-Si (Daifullah *dkk.*, 2003, Adam *dkk.*, 2006). Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang $470,6\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan ikatan Si-O (Lin *dkk.*, 2001; Adam *dkk.*, 2006), dan puncak pada $798,5\text{ cm}^{-1}$, yang timbul akibat deformasi ikatan Si-O pada SiO_4 (Prasetyoko *dkk.*, 2005).

Puncak lain dengan intensitas yang cukup signifikan terdapat pada daerah $1635,5\text{ cm}^{-1}$. Puncak ini menunjukkan vibrasi regang C=O dari hemisel-

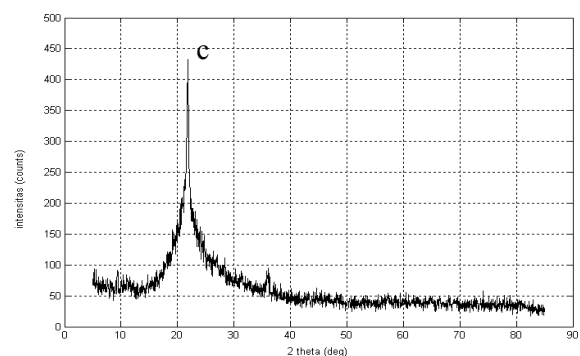
lulosa, yang kemungkinan ikut terlarut pada saat ekstraksi dan teradsorpsi oleh silika. Puncak lemah lainnya terdapat pada daerah $964,3\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya ikatan antara Si-O dengan logam. Interpretasi data IR ini bersesuaian dengan analisis fungsional yang dilakukan oleh Kamath dan Proctor (1998).



Gambar 3. Spektrum FTIR Silika yang Diperoleh dari Sekam Padi

Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

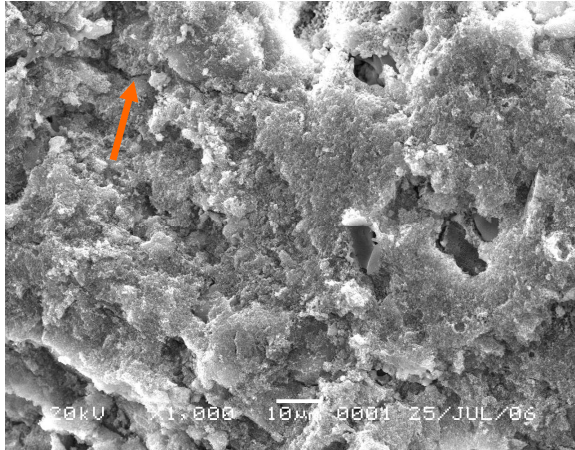
Analisis struktur kristal silika dilakukan dengan menggunakan difraksi metode sinar-X. Fase yang terdeteksi dalam kromatogram selanjutnya diidentifikasi dengan menggunakan metode pencocokan memanfaatkan perangkat lunak PFPDFWIN 1997. Spektrum yang diperoleh disajikan pada Gambar 4. Pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan bahwa silika yang terbentuk adalah amorf, dengan tambahan fase yang memiliki puncak tertinggi pada $2\theta = 21,784^\circ$. Fase tambahan ini diyakini merupakan fase kristobalit, berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Kalapathy *dkk.* (2000) dan Siriluk dan Yuttapong (2005), yang melaporkan identifikasi fase kristobalit pada posisi $2\theta = 22^\circ$.



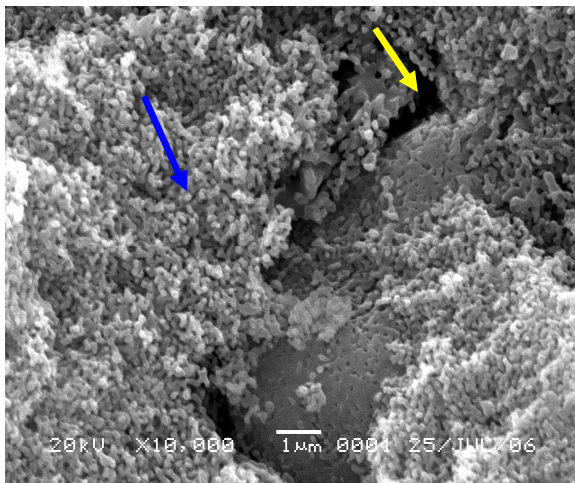
Gambar 4. Pola Difraksi Sinar-X Sampel (Tanda c = Cristobalie)

Karakteristik dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakteristik struktur permukaan silika yang diteliti ditunjukkan oleh hasil SEM pada Gambar 5 untuk perbesaran 1000x dan Gambar 6 untuk perbesaran 10000x.



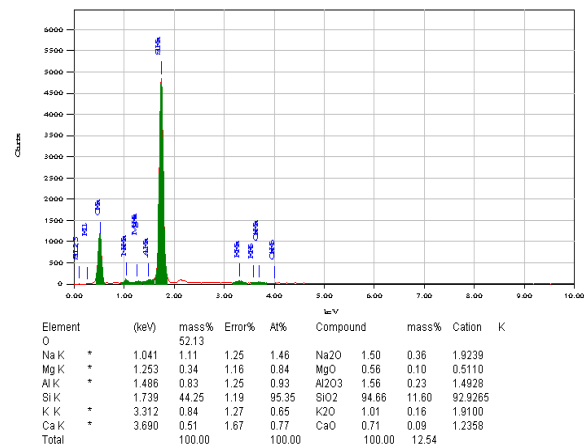
Gambar 5. Hasil Analisis Sampel dengan Perbesaran 1000x.



Gambar 6. Hasil Analisis Sampel dengan Perbesaran 10000x

Dari Gambar 5 terlihat dengan jelas bahwa permukaan sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan (*cluster*), yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Pemisahan antara gumpalan juga terlihat dengan cukup jelas, yakni dalam bentuk *micro-cracking* yang terdapat di antara *cluster*. Analisis dengan perbesaran yang lebih besar (Gambar 6) menunjukkan bahwa *cluster* sebenarnya terbentuk dari partikel dengan ukuran yang relatif sama dengan distribusi yang re-

latif merata pula, namun disela oleh *microcracking* yang cukup lebar dan dalam.



Gambar 7. Spektrum EDS dan Komposisi Fase yang Terdapat dalam Sampel.

Informasi tambahan yang didapatkan dari analisis dengan SEM adalah data EDS, yang menunjukkan unsur-unsur yang terdapat dalam sampel serta komposisi sampel berdasarkan unsur tersebut. Hasil yang diperoleh disajikan pada Gambar 7, yang menunjukkan terdapatnya berbagai unsur kimia dalam sampel, meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Atas dasar keberadaan unsur tersebut, dapat diduga bahwa dalam sampel terdapat berbagai fase meliputi SiO₂, Na₂O, MgO, Al₂O₃, K₂O, dan CaO. Selain menunjukkan kemungkinan fase yang terdapat dalam sampel, hasil analisis EDS juga menunjukkan bahwa kemurnian silika (SiO₂) dalam sampel adalah sebesar 95,35%, dengan kesalahan sebesar 1,19%. Persentase SiO₂ yang didapatkan sesuai dengan hasil pengukuran menggunakan metode standar ASTM: D3172-73 yang dilakukan oleh Daifullah *dkk.* (2003).

KESIMPULAN

Dari hasil serangkaian percobaan dan karakterisasi sampel yang dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut. 1) Sekam padi dari daerah Tanggamus, Provinsi Lampung mempunyai kadar silika yang cukup tinggi mempunyai fase amorf dan kemurnian sekitar 95,35%, sehingga cukup layak untuk dikembangkan dalam pengembangan material berbasis silika nabati. 2) Kondisi optimum untuk ekstraksi silika dari sekam padi adalah pada konsentrasi KOH 5%, waktu ekstraksi 1 jam, pH pembentukan gel sebesar 7,0 dan menghasilkan rendemen sebesar 40,8%.

DAFTAR RUJUKAN

- Biro Pusat Statistik Provinsi Lampung. 2004. Lampung dalam Angka 2004.
- Daifullah, A.A.M., Awwad, N.S. & El-Reefy, S.A. 2004. Purification of Wet Phosphoric Acid from Ferric Ions Using Modified Rice Husk. *Chemical Engineering and Processing*, 43:193–201.
- Daifullah, A.A.M., Girgis, B.S. & Gad, H.M.H. 2003. Utilization of Agro-Residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans. *Material Letters*, 57:1723–1731.
- Hamdan, H., Nazlan, M., Muhid, M., Endud, S., Listiorini, E. & Ramli, Z. 1997. ^{29}Si MAS NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for the Synthesis of Zeolites. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 211:126–131.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar FMIPA Universitas Jember Jawa Timur*, 3(2):98–102.
- Kalpathy, U., Proctor, A. & Schultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*, 73:257–260.
- Kamath, S.R. & Proctor, A. 1998. Silica Gel from Rice Hull Ash: Preparation and Characterization. *Cereal Chemistry*, 75:484–487.
- Kim, H.S., Yang, H.S., Kim, H.J. & Park, H.J. 2004. Thermogravimetric Analysis of Rice Husk Flour Filled Thermoplastic Polymer Composites. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 76:395–404.
- Laksmono, J.A. 2002. *Pemanfaatan Abu Sekam Padi sebagai Bahan Baku Silika*. Seminar Tantangan Penelitian Kimia dalam Era Globalisasi dan Era Super Informasi. Gd. Widya Graha–LIPI. Jakarta, 17 September 2002.
- Lin, J., Siddiqui, J.A. & Ottenbrite, M. 2001. Surface Modification of Inorganic Oxide Particles with Silane Coupling Agent and Organic Dyes. *Polymer Advance Technology*, 12:285–292.
- Rawtani, A.V. & Rao, M.S. 1989. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Silica from Rice Husk Ash. *India Engineering Chemistry Resources*, 28:1411–1414.
- Rohaeti, E. 1989. *Identifikasi Hasil Reduksi SiO_2 dari Abu Sekam dalam Usaha Memperoleh Silikonnya*. Skripsi tidak diterbitkan. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam ITB. Bandung.
- Singh, S.K., Mohanty, B.C. & Basu, S. 2002. Synthesis of SiC from Rice Husk in a Plasma Reactor. *Bulletin Material Science*, 25:561–563.
- Siriluk & Yuttapong, S. 2005. *Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash*, The 8TH Asian Symposium on Visualization, Chiangmai, Thailand.
- Sun, L., & Gong, K. 2001. Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications. *India Engineering Chemical Resource*, 40:5861–5877.