

## PENGARUH TEKNIK EKSTRAKSI DAN KONSENTRASI HCl DALAM EKSTRAKSI SILIKA DARI SEKAM PADI UNTUK SINTESIS SILIKA XEROGEL

Ilham Pratomo, Sri Wardhani\*, Danar Purwonugroho

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835  
Email: wardhani@ub.ac.id

### ABSTRAK

Penelitian tentang teknik ekstraksi silika dari sekam padi untuk sintesis silika xerogel telah dilakukan. Proses ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan metode pencucian asam dilakukan dengan teknik, yakni dengan pengadukan pada temperatur kamar dan refluks pada temperatur 100°C selama 2 jam dengan konsentrasi HCl 1, 2, dan 3M. Penentuan kadar silika dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri. Berdasarkan tabel ANOVA bahwa pengaruh konsentrasi dan teknik ekstraksi yang digunakan tidak berpengaruh pada kadar silika yang dihasilkan. Kadar tertinggi silika diperoleh pada teknik pengadukan konsentrasi HCl 1 M dengan kadar 97,30% digunakan sebagai bahan baku pembuatan prekursor pada sintesis silika xerogel. Silika direaksikan dengan NaOH 1 M pada temperatur 95°C selama 1 jam kemudian diasamkan dengan HCl 1 M sampai pH 7 dan didiamkan selama 12 jam. Gel yang diperoleh dibilas menggunakan akuades, lalu dikeringkan pada temperatur 80°C selama 18 jam. Silika xerogel yang diperoleh memiliki kadar sebesar 98,23%. Karakterisasi silika dan silika xerogel dengan menggunakan FT-IR menunjukkan adanya gugus silanol (3440 dan 3452 cm<sup>-1</sup>) dan siloksan (1100 dan 1076 cm<sup>-1</sup>). Karakterisasi luas permukaan menggunakan metilen biru berturut-turut abu sekam padi, silika hasil ekstraksi, silika xerogel diperoleh hasil 7,012; 7,5 dan 7,99 m<sup>2</sup>/g.

**Kata kunci:** kadar, silika, teknik ekstraksi, xerogel

### ABSTRACT

Research of extraction techniques silica from rice hull used for synthesis xerogel silica has been conducted. The process of extracting silica from rice hull using acid leaching method performed by two techniques, were by stirring at room temperature and the reflux temperature of 100°C for 2 hour with various concentrations of HCl 1, 2, and 3M. Determination of silica done using gravimetric methods. Based on the ANOVA table that the effect of concentration and extraction techniques used did not affect the levels of silica produced. Highest levels of silica obtained on mixing techniques 1M HCl concentration with levels of 97.30% is used as raw material for the synthesis of silica xerogel precursor. Silica was treated with 1M NaOH at a temperature of 95°C for 1 hour and then acidified with 1M HCl until pH 7 and allowed to stand for 12 hours. Obtained gel rinsed with distilled water, then dried at 80°C for 18 hours. Silica xerogel obtained had level of 98.23%. Characterization of silica and silica xerogel by using FT-IR showed the presence of silanol groups (3440 and 3452 cm<sup>-1</sup>) and siloxanes (1100 and 1076 cm<sup>-1</sup>). Characterization of surface area using methylene blue rice husk ash, silica extraction, silica xerogel obtained results 7.012, 7.5 and 7.99 m<sup>2</sup>/g.

**Key words:** purity, silica, extraction techniques, xerogel

### PENDAHULUAN

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris termasuk Indonesia. Produk utama proses penggilingan adalah beras yang digunakan sebagai makanan pokok penduduk Indonesia, sedangkan sekam padi merupakan produk samping penggilingan padi

[1]. Menurut Nuryono [2], sekam padi yang dibakar pada temperatur 700-900 °C akan menghasilkan silika dengan kadar yang tinggi yaitu 87-97% dan abu sekitar 16-25%. Pada umumnya kandungan silika dari abu sekam padi adalah 94-96%. Kadar silika yang tinggi dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika. Pemanfaatan tersebut dapat diterapkan dalam pembuatan silika xerogel yang secara umum digunakan sebagai adsorben, pengisi pada kolom kromatografi, dan isolator [2].

Metode ekstraksi silika menggunakan alkali untuk mengekstraksi silika dari abu sekam padi dengan energi yang rendah dan biaya yang lebih efektif. Ekstraksi silika dari abu sekam padi digunakan HCl 1M untuk menghilangkan pengotor dengan pH optimum 1 dan silika yang dihasilkan memiliki kadar 91% [3]. Pada proses ekstraksi silika dari kaolin yang dipelajari oleh Bakri [4] dilakukan teknik refluk pada temperatur 100 °C selama 4 jam menggunakan akuaregia, sedangkan Affandi [5] melakukan teknik pengadukan selama 1 jam menggunakan HCl 1M dan didapatkan silika dengan kadar 99%. Menurut penelitian Nuryono [2] telah mempelajari pengaruh penambahan HCl terhadap silika dan hasil penelitiannya menunjukkan bahwa perlakuan dengan HCl dapat meningkatkan rendemen silika dan menurunkan beberapa logam seperti Al, K, dan Ca. Silika dengan perlakuan HCl memiliki luas permukaan lebih besar 2,96 m<sup>2</sup>/g dari pada silika tanpa perlakuan HCl yaitu berkisar 11,6 m<sup>2</sup>/g hingga 13,90 m<sup>2</sup>/g. Selain itu, penelitian Affandi [5] pada ekstraksi silika dari *bagasse* tebu dengan menggunakan HCl 1M didapatkan silika dengan kadar 91,58%. Salah satu aplikasi silika adalah sebagai bahan baku pembuatan silika xerogel.

Oleh karena itu, penelitian ini mempelajari pengaruh pengadukan dan refluk pada ekstraksi silika dari abu sekam padi dan mempelajari pengaruh konsentrasi HCl terhadap silika yang dihasilkan. Selain itu, silika xerogel yang dihasilkan dapat dikarakterisasi gugus fungsi dengan FT-IR dan luas permukaan dengan metilen biru.

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: pH indikator universal (MERCK), spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400S, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601 *double beam*, sinar-X fluoresensi (XRF) Panalytical Minipal 4, dan XRD Panalytical Minipal. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sekam

padi jenis ciherang dari Desa Curampel Kecamatan Pakis, HCl 37% ( $\rho = 1,1878 \text{ g/mL}$ ), HCl 32% ( $\rho = 1,1878 \text{ g/mL}$ ), NaOH *pellet* (Merck, Pa), dan metilen biru (Merck).

## **Prosedur**

### **Preparasi sekam padi**

Pada tahap awal, sekam padi dibersihkan dari batu, tanah, dan bahan-bahan lain selain sekam padi. Selanjutnya, sekam padi direndam dengan air panas selama 2 jam kemudian dibilas dengan air mengalir lalu sekam padi dikeringkan pada temperatur  $110^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam dalam oven.

### **Ekstraksi silika dari sekam padi**

Sekam padi kering selanjutnya diarangkan pada  $300^{\circ}\text{C}$  selama 0,5 jam, lalu diabukan pada  $700^{\circ}\text{C}$  selama 6 jam. Abu sekam padi diayak dan ditimbang 5 g lalu ditambahkan 30 mL HCl dengan konsentrasi 1, 2, dan 3 M kemudian campuran diekstraksi dengan teknik yang berbedayaknipengadukan dan refluks selama 2 jam. Campuran disaring, endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades sampai bebas asam. Endapan dikeringkan, lalu ditimbang dan ditentukan luas permukaan menggunakan bilangan metilen biru serta ditentukan kadar dengan metode gravimetri.

### **Sintesis silika xerogel**

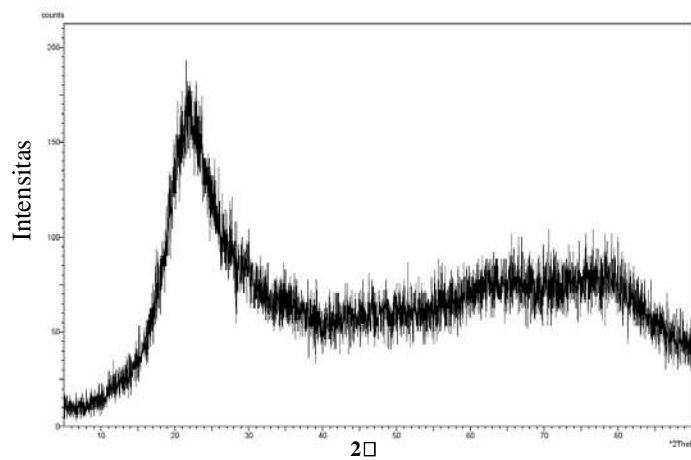
Silika sebanyak 5 g ditambahkan 60 mL NaOH 1 M kemudian dididihkan selama 1 jam  $95^{\circ}\text{C}$  dengan pengadukan. Selanjutnya larutan disaring, filtrat yang diperoleh merupakan larutan natrium silikat. Larutan natrium silikat ditambahkan HCl 1M tetes demi tetes dengan pengadukan sampai pH 7. Selanjutnya, larutan tersebut didiamkan selama 18 jam sehingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk dicuci dengan akuades sampai bebas  $\text{Cl}^-$ . Gel dipindahkan ke dalam cetakan kemudian dikeringkan pada  $80^{\circ}\text{C}$  selama 12 jam sehingga diperoleh silika xerogel. Selanjutnya, silika xerogel yang telah diperoleh ditimbang dan dikarakterisasi menggunakan IR.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Ekstraksi silika dari sekam padi**

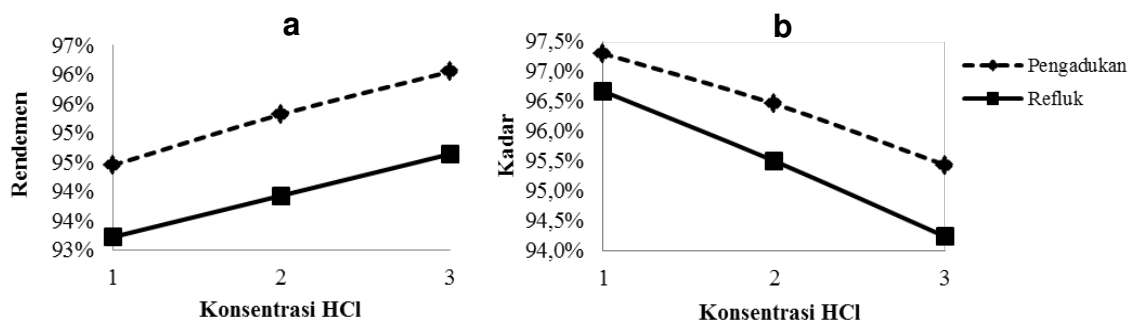
Difraktogram bubuk sekam padi (Gambar 1) memperlihatkan bahwa silika dalam bubuk sekam padi memiliki struktur amorf dibuktikan dengan adanya puncak yang melebar pada  $2\theta$  sekitar  $21^{\circ}$  ( $2d = 4,07$ ). Puncak tersebut serupa dengan

puncak abu sekam padi menurut penelitian Hindrayawati yaitu pada  $2\theta$  sekitar  $21,14^\circ$  ( $2d = 4,19$ ) [1].



**Gambar 1.** Difraktogram abu sekam padi

### Pengaruh teknik ekstraksi dan konsentrasi HCl



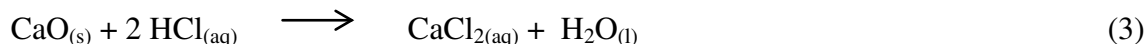
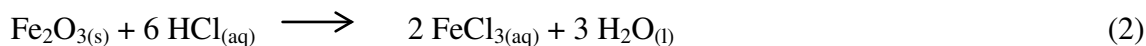
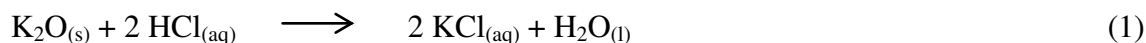
**Gambar 2.** Pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen (a) dan kadar (b) silika

Berdasarkan Tabel ANOVA bahwa uji interaksi satu arah pengaruh teknik ekstraksi diperoleh nilai  $F_{hitung} (0,466) < F_{Tabel} (165)$  pada taraf nyata 0,05 sehingga tidak terdapat pengaruh yang nyata teknik yang digunakan. Gambar 2a menunjukkan bahwa pada teknik pengadukan diperoleh rendemen lebih besar dibandingkan dengan refluk dalam konsentrasi yang sama baik 1, 2, maupun 3M. Selain itu, sesuai Gambar 2b bahwa teknik pengadukan memiliki kadar lebih besar dibandingkan dengan teknik refluk dalam konsentrasi yang sama baik 1, 2, maupun 3M. Hal tersebut menunjukkan bahwa pengaruh temperatur pada penghilangan pengotor berpengaruh terhadap silika yang larut dalam air. Semakin tinggi temperatur maka semakin besar kelarutan silika dalam air. Menurut Kurniati [6], kelarutan silika dalam air pada temperatur ruang yaitu 80-120 mg/L, sedangkan kelarutan silika dalam air pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  yaitu 750 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa pada temperatur tinggi, silika tidak mengendap.

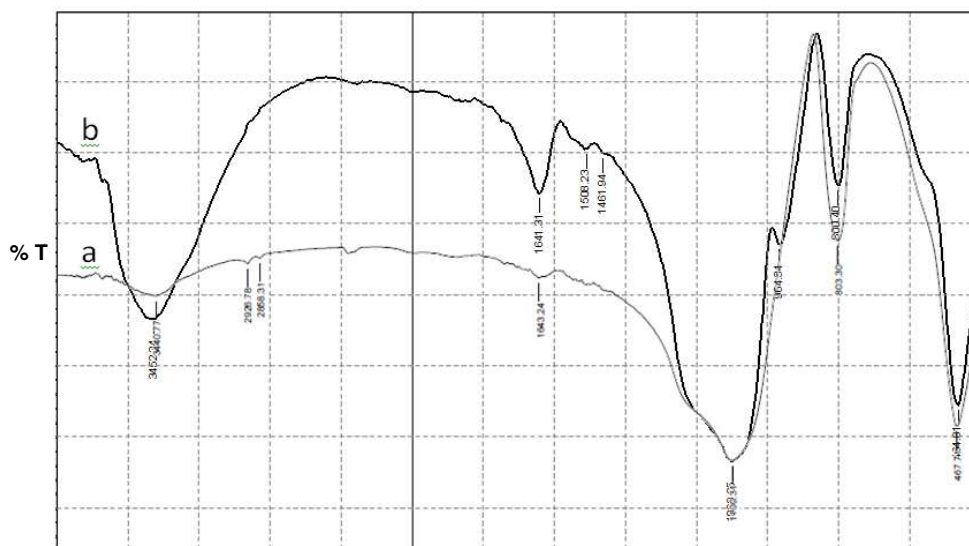
**Tabel 1.** Komposisi kimia abu sekam padisebelum dan sesudah proses ekstraksi

Parameter	Kandungan Kimia (%)								
	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	CrO	MnO	NiO	CuO
Sebelum	94,9	2,84	0,84	0,69	0,03	0,03	0,37	0,03	0,05
Sesudah	97,5	1,01	0,69	0,4	0,04	0,03	0,16	0,02	0,04

Berdasarkan Tabel 1 kadar silika meningkat setelah diekstraksi dengan HCl karena kadar pengotor turun akibat larutnya pengotor dalam HCl sesuai persamaan reaksi (1), (2), dan (3). Berikut adalah reaksi yang kemungkinan terjadi pada pengotor dengan larutan HCl yaitu sebagai berikut [6] :



Namun, berdasarkan Tabel ANOVA bahwa uji interaksi satu arah pengaruh konsentrasi HCl diperoleh nilai  $F_{hitung} (0,425) < F_{tabel} (199)$  pada taraf nyata 0,05 sehingga tidak terdapat pengaruh yang nyata konsentrasi HCl terhadap kadar silika (SiO<sub>2</sub>). Kadar silika tertinggi dengan menggunakan metode gravimetri diperoleh pada ekstraksi silika menggunakan teknik pengadukan dengan konsentrasi HCl 1M sebesar 97,30% dan serupadengan hasil XRF pada Tabel 1. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka reaksi akan berjalan ke arah produk sesuai persamaan reaksi (1), (2), dan (3). Selain itu, pencucian asam pada abu sekam padi menggunakan HCl 1M efektif untuk menghilangkan pengotor oksida K, Fe, dan Ca.



**Gambar 3.**Spektra IR (a)silikahasil ekstraksidan(b)silikaxerogel

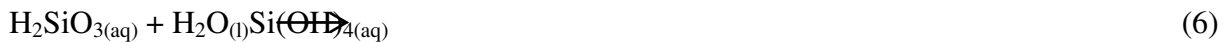
Spektra IR silika hasil ekstraksi (Gambar 3a) menunjukkan gugus silanol pada pada bilangan gelombang 3440 dan 1643  $\text{cm}^{-1}$  dan siloksan pada daerah 1095, 798  $\text{cm}^{-1}$  dan 467  $\text{cm}^{-1}$ .

### Sintesis silikaxerogel

Silika dilarutkan dalam NaOH 1M untuk memperoleh larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sesuai persamaan (4).



Penambahan HCl hingga pH 7 pada larutan natrium silikat terjadi pembentukan  $\text{H}_2\text{SiO}_3$  dari sesuai persamaan reaksi (5), diikuti reaksi pembentukan sol asam  $\text{Si}(\text{OH})_4$  menurut persamaan reaksi (6).



Pada saat penambahan HCl 1M pada  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  terjadi penurunan pH sehingga konsentrasi  $\text{H}^+$  dalam  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  semakin meningkat. Hal ini menyebabkan silikat berubah menjadi asam silikat yang menyebabkan sebagian gugus siloksan ( $\text{Si-O}^-$ ) membentuk gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ).  $\text{Si}(\text{OH})_4$  terpolimerisasi dengan membentuk ikatan silang  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$  hingga terbentuk gel silika sesuai persamaan reaksi (8) melalui proses kondensasi sesuai persamaan reaksi (7).



Luas permukaan silika hasil ekstraksi lebih besar dibandingkan dengan abu sekam padi yaitu 7,5162  $\text{m}^2/\text{g}$ . Silika tersebut memiliki luas permukaan yang berbeda dengan penelitian Nuryono, yakni sebesar 11,6  $\text{m}^2/\text{g}$  hingga 13,90  $\text{m}^2/\text{g}$  dengan menggunakan metode BET.

### KESIMPULAN

1. Teknik ekstraksi silika dan konsentrasi HCl tidak berpengaruh nyata terhadap rendemen dan kadar silika. Hasil dari penelitian diperoleh kadar silika tertinggi pada teknik pengadukan dengan konsentrasi HCl 1M dengan kadar 97,30% dan kadar silika xerogel 98,23%.
2. Karakterisasi FTIR silika hasil ekstraksi dan silika xerogel menunjukkan adanya gugus silanol (3440 dan 3452  $\text{cm}^{-1}$ ) dan siloksan (1100 dan 1076  $\text{cm}^{-1}$ ). Luas permukaan

meningkat dari abu sekam padi, silika hasil ekstraksi dan silika xerogel diperoleh berturut-turut  $7,012 \text{ m}^2/\text{g}$ ;  $7,5 \text{ m}^2/\text{g}$  dan  $7,99 \text{ m}^2/\text{g}$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kepada laboratorium kimia anorganik yang telah membiayai sebagian biaya penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Hindrayawati, N. dan Alimuddin, 2010, Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH), *Jurnal Kimia Mulawarman*, No. 2, Vol. 7, pp 75-77.
2. NuryonodanNarsito, 2004, Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat, *Indo. J. Chem.*, No. 5, Vol. 1, pp 23 – 30.
3. Kalapathy, U., dan A. Proctor, J. Shultz., 2000, A simple method for production of pure silica from rice hull ash, *Elsevier Science* 73, pp 257-262.
4. Bakri, R., T. Utari, dan I.P. Sari, 2008, Kaolin sebagai Sumber  $\text{SiO}_2$  untuk Pembuatan Katalis  $\text{Ni/SiO}_2$ : Karakterisasi dan Uji Katalis pada Hidrogenisasi Benzena menjadi Sikloheksana, *Makara Sains*, No. 1, Vol. 12, pp: 37-43.
5. Affandi, S., H. Setyawan, S. Winardi, A. Purwanto, dan R. Balgis, 2009, A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash, *Advanced Powder Technology* 20, pp 468-472.
6. Kurniati, 2009, Ekstraksi Silika White Powder dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng, UPN Press, Surabaya.