

# I. PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Indonesia termasuk negara agraris yang memiliki potensi daerah sangat baik pada sektor pertanian, sehingga dinobatkan sebagai salah satu produsen sekaligus konsumen beras terbesar kedua setelah Cina. Produksi beras di Indonesia pada tahun 2022 menurut Badan Pusat Statistik (BPS) 2022 yaitu sebesar 54.748.977,08 Ton padi kering. Produksi beras tersebut menghasilkan limbah pertanian berupa jerami, tepung, dan sekam. Berdasarkan data BPS (2022) produksi padi di Provinsi Lampung pada tahun 2022 sebesar 2.688.160 ton Gabah Kering Giling (GKG), serta hasil perhitungan angka produksi padi pada provinsi Lampung 2022 dihasilkan limbah sekam padi 20% dari hasil produksi yaitu sebesar 537.632 ton. Tingkat produksi ini mengakibatkan jumlah limbah sekam padi semakin meningkat.

Pemanfaatan limbah sekam padi masih relatif terbatas, meskipun biaya pengumpulannya lebih mahal dibandingkan beras dan berpotensi merusak atmosfer dan lapisan tanah yang subur karena sering dibakar dilahan. Pemanfaatan sekam padi sudah banyak digunakan sebagai bahan pembuatan briket, penyubur tanaman, penyedia unsur hara dalam tanah, dan adsorben alami atau silika gel. Pengolahan limbah sekam padi untuk pembuatan silika gel dapat menjadi salah satu alternatif yang dapat digunakan untuk meningkatkan nilai ekonomi sekaligus menjaga lingkungan sekitar dari cemaran limbah pertanian. Menurut Nzereogu *et al.* (2023), sekam padi mengandung silika yang tinggi, yang tidak mudah terbakar dan terurai sempurna, sehingga tidak cocok untuk digunakan sebagai pakan ternak.

Sekam padi terdiri dari campuran bahan organik, seperti selulosa dan lignin, serta komponen mineral, termasuk silika dan alkali. Sekam padi memiliki kandungan abu yang tinggi, berkisar antara 10 hingga 20%, dibandingkan dengan bahan bakar biomassa lainnya. Abu sebagian besar terdiri dari 87– 97% silika, yang sangat berpori, ringan, dan memiliki luas permukaan luar yang sangat tinggi, sehingga berharga untuk keperluan industri. Silika didapatkan dari mineral, sintetis, dan bahan organik. Silika dalam mineral juga biasanya didapat dengan

cara penambangan. Silika sintetis dengan cara metode pelelehan. Silika dari bahan organik yaitu dengan banyak metode diantaranya metode sol-gel (Mamnua *et al.*, 2021) dan pengendapan (Ajeel *et al.*, 2020).

Pada penelitian Handayani *et al.* (2014) metode yang digunakan dalam menghasilkan silika gel adalah metode sol-gel dengan penambahan asam pada proses ekstraksi dari limbah sekam padi. Pada penelitian tersebut membandingkan jenis asam yaitu asam asetat dengan asam klorida, untuk menghasilkan silika gel dengan kemampuan menyerap kelembaban yang baik. Namun silika yang diperoleh dari bahan organik seperti sekam padi masih banyak mengandung pengotor. Untuk menghilangkan logam pengotor dan meningkatkan kemurnian dari silika yang terdapat pada bahan organik dapat dilakukan dengan perlakuan *pretreatment*. Diantaranya yakni metode *leaching* asam (Umeda dan Kondoh, 2010) dan pembakaran (Ajeel *et al.*, 2020). Metode *leaching* asam merupakan salah satu cara untuk meningkatkan kemurnian silika dengan mengikat logam-logam pengotor dalam abu sekam padi. *Leaching* asam ada yang menggunakan asam kuat seperti asam klorida (Azat *et al.*, 2019b) dan asam lemah seperti asam sitrat (Azhari, 2021).

Pada beberapa penelitian yang dilakukan belum ditemukan membandingkan variasi asam pada proses *pretreatment* bahan baku untuk ekstraksi silika. Penulis tertarik untuk melakukan *pretreatment* pada bahan baku dengan menggunakan variasi asam yakni asam klorida dan asam sitrat karena *pretreatment* bahan baku mempengaruhi hasil ekstraksi. Asam klorida digunakan untuk proses pencucian abu sekam padi sehingga diperoleh kemurnian silika yang tinggi dan asam sitrat digunakan sebagai pembanding dan alternatif karena lebih ramah lingkungan juga lebih murah.

Pada Penelitian kali ini menggunakan limbah abu sekam padi sebagai bahan baku untuk ekstraksi silika dengan metode *leaching*. Dalam meningkatkan minat dan mengembangkan metode yang efisien serta berkelanjutan untuk mengekstraksi silika dari abu sekam padi. Hasil ekstraksi akan dibandingkan dari variasi asam yang digunakan pada percobaan kali ini.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu :

1. Mengetahui pengaruh jenis asam dan konsentrasi terhadap nilai *yield* padatan silika dalam abu sekam padi setelah ekstraksi
2. Mengetahui kondisi optimum dalam ekstraksi silika abu sekam padi terhadap kemurnian silika yang didapatkan

### 1.3 Kerangka Pemikiran

Limbah sekam padi sisa produksi beras yang sangat melimpah masih belum banyak dimanfaatkan. Pengolahan sekam padi yang benar menghasilkan produk yang memiliki nilai esensi yang tinggi seperti pembuatan silika dari abu sekam padi.

Sekam padi yang akan digunakan sebagai bahan baku harus diabukan terlebih dahulu. Proses pengabuan sekam padi yaitu dengan menggunakan alat *pengabuan* dengan suhu  $550^{\circ}\text{C}$ . Tujuan dari proses pengabuan ini adalah untuk menghilangkan komponen-komponen organik yang masih ada dalam sekam padi sehingga dapat diperoleh abu sekam padi dengan kandungan silika yang relatif tinggi. Selain itu pencucian dengan menggunakan asam juga mengurangi pengotor yang ada pada abu sekam padi, setelah proses pengabuan dilakukan pencucian dengan menggunakan asam tujuannya yaitu untuk menghilangkan pengotor organik dan logam, terutama alkali yang merusak seperti  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{K}_2\text{O}$ . Sehingga menghasilkan kandungan silika yang tinggi. Asam yang digunakan untuk pencucian abu sekam padi adalah asam klorida dan asam sitrat. Asam klorida digunakan karena termasuk dalam asam kuat yang dapat menghilangkan pengotor dan menghasilkan silika dengan kadar yang tinggi. Sedangkan asam sitrat sebagai pembanding dan alternatif karena lebih murah dan ramah lingkungan. Perbandingan kedua asam secara bersamaan belum dilakukan, sehingga perlu dilakukan penelitian untuk melihat keefektifan dan pengaruh dari penggunaan variasi kedua asam tersebut. Nama metode tersebut ialah *leaching* asam, metode tersebut banyak digunakan sebagai *pretreatment* bahan baku kemudian untuk proses ekstraksinya menggunakan metode *sol-gel* untuk mendapatkan silika gel kering. Berdasarkan uraian di atas, maka perlu dilakukan penelitian tentang sintesis silika gel dari abu sekam padi dengan memvariasikan jenis asam yang digunakan.

#### **1.4 Hipotesis**

1. Jenis asam terbaik untuk menghasilkan yield tertinggi silika setelah ekstraksi dari abu sekam padi dengan menggunakan metode *leaching* asam adalah asam klorida dengan konsentrasi 5%
2. Kondisi optimum untuk menghasilkan silika dengan kemurnian tertinggi adalah menggunakan jenis asam klorida dengan konsentrasi 5%

#### **1.5 Kontribusi Penelitian**

Adapun kontribusi dari penelitian ini yaitu :

1. Bagi penulis, melatih dan mengembangkan kemampuan dalam bidang penelitian, serta menambah wawasan dan pengetahuan tentang pembuatan dan karakteristik silika berbahan dasar biomassa
2. Bagi pembaca, memberikan informasi mengenai proses pembuatan dan karakterisasi dari silika juga mengetahui perbandingan dari biomassa yang digunakan
3. Bagi Politeknik Negeri Lampung, sebagai sumber referensi dan pembelajaran mahasiswa/i mengenai proses pembuatan dan karakterisasi silika dari sekam padi

## **II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **2.1 Sekam Padi**

Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi kariopsis yang terdiri dari dua bentuk sekam kelopak dan sekam mahkota, sekam tersusun dari jaringan

serat-serat sel mengandung banyak silika dalam bentuk serabut-serabut yang sangat keras (Jimadd, 2021). Sekam padi adalah salah satu hasil prosuk samping (limbah) pertanian yang sangat melimpah dari proses penggilingan padi yang memiliki berat 20-22%, (Rohaeti, 2015). Dedak antara 8-12% dan beras giling antara 50-63,5 % data bobot awal gabah.



Gambar 2.1 Sekam Padi  
(Sumber : *unair.ac.id* tani nusantara)

Ditinjau dari data komposisi kimiawi sekam padi sebagai berikut :

Tabel 2.1 Komposisi kimiawi sekam padi.

<b>Komponen</b>	<b>Persentase Kandungan (%)</b>
Kadar air	9,02
Protein kasar	3,03
Lemak	1,18
Serat Kasar	35,68
Abu	17,71
Karbohidrat Kasar	33,71

Sumber : Suharno, 1979 dalam Deptan, 2009

Tabel 2.2 Komposisi kimiawi abu sekam padi

<b>Komponen</b>	<b>Persentase Kandungan (%)</b>
SiO <sub>2</sub>	72,28
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,37
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,32
CaO	0,65
Hilang pijar	21,43

(Sumber : (Bakri, 2009))



Gambar 2.2 Abu sekam padi  
(Sumber : manfaat.co.id)

Pemanfaatan limbah pertanian seperti sekam padi masih sangat sedikit di Indonesia hal ini dibuktikan dengan adanya data dari Badan Pusat Statistik (BPS) Nasional berikut data tahun 2021-2023 :

Tabel 2.3 Produksi Gabah Kering Giling tahun 2021-2023

Tahun	Produksi (Ton)	Sekam (Ton)	Beras (Ton)
2021	54.415.294,22	10.883.059	43.532.235
2022	54.748.977	10.949.795	43.799.182
2023	53.625.539,51	10.725.108	42.900.432

(Sumber : BPS Luas Panen dan Produksi Padi 2021 – 2023)

Berdasarkan data di atas diketahui bahwa limbah pertanian seperti sekam padi sangat melimpah jika tidak di manfaatkan akan menimbulkan masalah bagi masyarakat sekitar dan lingkungan hidup.

## 2.2 Silika

$\text{SiO}_2$  (*Silicon Dioxide*) merupakan material yang sangat efisien dengan cakupan aplikasi yang sangat luas baik dalam kegiatan industri maupun kehidupan sehari-hari. Salah satunya adalah silika gel yang fungsinya untuk mengurangi kelembapan. Silika umumnya digunakan dalam berbagai ukuran dan tujuan berbeda tergantung pada aplikasi yang dibutuhkan, seperti industri ban, karet, kaca, semen, beton, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, dan pasta gigi. Untuk menggiling pasir silika ukuran besar menjadi ukuran yang lebih halus, umumnya digunakan metode pasir silika, *crushing* dan *ball milling*.

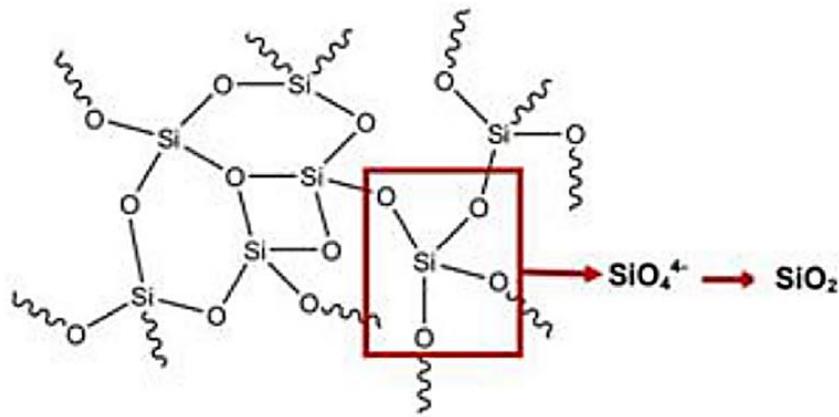
Silika merupakan zat alami yang ditemukan dalam jumlah melimpah sebanyak jenis. Silika terdapat di dalam tanah dalam bentuk silika ( $\text{H}_4\text{SiO}_4$ ) yang larut dalam air. Silikon dioksida atau silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) adalah senyawa yang terdiri dari atom silikon dan oksigen. Bentuk silikon dioksida adalah bentuk yang

paling umum ditemukan di alam, karena oksigen adalah unsur paling melimpah di cangkang bumi dan silikon adalah unsur paling melimpah kedua.

Silikon dioksida biasanya diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dengan menambang pasir silika sebagai bahan baku. Selanjutnya dilakukan proses untuk memisahkan pasir silika dan menghilangkan kotoran. Pasir ini disebut pasir silika. Silika terdapat sebagai diatom pada tumbuhan dan sebagai radiolaria pada hewan. Silika yang terakumulasi pada organisme hidup seperti hewan dan tumbuhan berbentuk amorf, berbeda dengan silika yang memiliki struktur kristal yang bukan berasal dari makhluk hidup seperti batu dan debu. Bahan baku silika gel adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ). Silikon ditemukan di mineral, termasuk kaolin, zeolit, kristobalit, dan kuarsa. Kristobalit alam yang ditemukan di Sabang dilaporkan memiliki kandungan silika yang sangat tinggi, hingga 85%.

### **2.2.1 Struktur Silika**

Silika, atau silikon dioksida, adalah senyawa oksida umum yang terdiri dari atom silikon dan oksigen yang terikat bersama. Strukturnya mencakup pusat yang terdiri dari atom silikon yang terikat pada empat atom oksigen pada sudut tetrahedral. Struktur tetrahedral ini terikat satu sama lain untuk membentuk matriks silika yang besar (Chen *et al.*, 2013). Silika dapat memiliki pori-pori dengan ukuran mulai 5-3000 Å dan dapat berbentuk amorf atau berbentuk kuarsa yang lebih stabil. Sudut ikatan antara atom oksigen dan silikon adalah  $109,5^\circ$  dan panjang ikatan ini bervariasi dari 1,54-1,69 Å. Sudut antara ikatan silikon-oksigen-silikon, yang dikenal sebagai ikatan siloksan, dapat berkisar antara 120 hingga 180 derajat dan dapat dipengaruhi oleh perubahan energi ikatan, sehingga memungkinkan terciptanya struktur amorf atau tidak beraturan. Berbagai bentuk dan komposisi jembatan oksigen ini memberikan sifat unik pada silika.



Gambar 2.3 Struktur ikatan dan oksigen dalam silika  
(Sumber : Nzereogu *et al.*, 2023)

### 2.2.2 Silika dalam sekam padi

Silika terdapat dalam dua bentuk utama : amorf dan kristal. Produksi silika khusus, seperti silika koloidal, silika berasap, silika leburan, silika tanah dengan kemurnian tinggi, silika gel, dan silika yang di endapkan. Memerlukan teknik pemrosesan rumit yang bertujuan untuk memberikan sifat material tertentu. Meningkatnya permintaan akan silika khusus ini telah menghasilkan pendapatan tahunan yang besar. Maka dari itu banyak sekali pemanfaatan limbah pertanian sebagai alternatif untuk memproduksi silika salah satunya yaitu sekam padi.

Sekam padi sebagai sumber yang melimpah dan berkelanjutan, telah mendapat perhatian besar karena kandungan silikanya. Kandungan silika pada abu sekam padi dapat menunjukkan variabilitas yang signifikan, dipengaruhi oleh berbagai faktor, termasuk jenis tanah, kondisi iklim, praktik pertanian, dan variabel terikat lainnya. Proses degradasi termal menghasilkan abu sekam padi, ditandai dengan kandungan silika amorf berkisar 85-95% (Umeda dan Katsuyoshi, 2008). Kandungan silika yang tinggi dalam abu sekam padi dapat menjadi alternatif pengganti silika tanah dengan kemurnian tinggi dalam berbagai aplikasi industri.

### 2.3 Metode Leaching

Ekstraksi padat-cair (*Leaching*) adalah proses pemisahan zat yang larut (solut) dari campuran padat yang tidak larut (*inert*) dengan memanfaatkan pelarut cair (Prayudo *et al.* 2015). Proses *leaching* sering disebut difusi. Prinsip proses

ekstraksi adalah proses dimana pelarut berpindah dari volume utama menuju ke permukaan. Selama proses ini, Pelarut berpenetrasi atau mengalami difusi massal kedalam pori-pori padatan yang tidak larut (*intraparticle diffusion*). Zat yang terlarut dalam padatan (zat terlarut) larut dalam pelarut karena adanya perbedaan konsentrasi. Campuran zat terlarut dalam pelarut berdifusi menjauhi permukaan *inert*, setelah itu zat terlarut (solut) meninggalkan pori-pori padatan *inert* dan bercampur dengan pelarut diluar padatan. Pada metode *leaching* ada 3 variabel penting yaitu, area kontak jenis pelarut dan temperatur. *Leaching* juga sering dikenal dengan sebutan ekstraksi dengan nama alatnya ekstraktor.

Teknologi *leaching* sering dipakai oleh industri logam guna memisahkan mineral dari bijih dan batuan (*ores*). Konsep dasar *leaching* berlaku juga untuk lingkungan sehari-hari seperti erosi unsur hara oleh air hujan atau ketika sedang menyeduh teh/kopi. Secara umum *leaching* di kelompokkan menjadi 2 yakni :

a. *Percolation*

Untuk metode yang digunakan dengan mengontakan dengan padatan melalui proses tunak ataupun tak tunak. metode ini cocok digunakan sebagai pemisahan campuran padat-cair dengan jumlah padatan yang lebih banyak dibandingkan dengan fasa cair nya.

b. *Dispersed Solids*.

Berbeda dengan metode sebelumnya pada metode ini padatan diperkecil ukurannya menjadi pecahan kecil sebelum berkontak dengan pelarut. metode ini digunakan karena tingkat kemurnian yang dihasilkan tinggi sehingga dapat menyamai biaya operasi filtrasi yang juga tinggi.

### **2.3.1 Metode *leaching* abu sekam padi**

#### **2.3.1.1 Metode fisika (pembakaran *thermal* langsung)**

Metode Fisika berfungsi sebagai salah satu cara untuk mengekstraksi silika dari sekam padi. Silika diekstraksi secara termal dari sekam padi melalui proses seperti kalsinasi atau pirolisis. Berdasarkan penelitian (Park *et al.*, 2021), silika di ekstraksikan dari sekam padi. Memperkenalkan proses kontinyu dua tahap yang baru, menggabungkan pembakaran langsung dengan pencucian asam, untuk mendapatkan silika dengan kemurnian tinggi dari sekam padi. Pada penelitian yang mereka lakukan ada beberapa treatment yang dilakukan yaitu

sekam padi dimasukkan ke dalam reaktor, dan suhu pembakaran dikontrol secara cermat pada suhu 600°C untuk mencegah pembentukan kristal silika. Hasil dari proses pembakaran ini menghasilkan dua produk utama yaitu abu sekam padi dan gas buang. Komposisi abu sekam padi kira-kira 90% silika dan 10% karbon. Selanjutnya abu sekam padi tersebut dileaching dengan asam klorida (HCl) dan air dengan perbandingan 1:3:6. Berdasarkan penelitian tersebut penulis mengamati bahwa pembakaran langsung sekam padi dalam reaktor kontinu terbukti efisien dan stabil, menghasilkan abu sekam padi dengan kandungan silika tinggi dan kristalinitas rendah. Gas buang yang dihasilkan selama pembakaran menunjukkan konsentrasi rendah berbagai polutan, termasuk CO, NO<sub>x</sub>, SO<sub>x</sub>, dan PM 10 (partikel dengan diameter 10 µm atau kurang). Sifat-sifat abu sekam padi dan silika yang diperoleh melalui proses *leaching* asam dianalisis. Abu sekam padi menunjukkan luas permukaan 19,5 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,06 cm<sup>3</sup>/g, dan ukuran pori 12,4 nm. Di sisi lain, silika menunjukkan luas permukaan 226,7 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,36 cm<sup>3</sup>/g, dan ukuran pori 6,4 nm, selain kemurnian tinggi (99,9%) dan kristalinitas rendah (1,8%) (Park *et al.*, 2021).

Pembakaran termal langsung sekam padi dapat secara efisien menghilangkan sebagian besar senyawa organik yang ada dalam bahan mentah. Selain itu proses ini menghasilkan energi panas dan uap, yang dapat dimanfaatkan untuk menggerakkan turbin dan menghasilkan listrik (Nzereogu *et al.*, 2023a).

Suhu pada saat sekam padi mengalami pembakaran merupakan peran penting dalam transisi fase bahan silika yang terbentuk. Struktur silika yang dihasilkan juga bergantung pada suhu pembakaran. Secara khusus, SiO<sub>2</sub> amorf dihasilkan dalam kisaran suhu 550-750°C, sedangkan pembentukan kristal SiO<sub>2</sub> terjadi pada suhu yang lebih tinggi, biasanya dalam kisaran 800-1000°C (Nzereogu *et al.*, 2023a). Selanjutnya, dalam kisaran suhu amorf, ketika suhu pembakaran mendekati 600°C, fase mulai bergeser ke arah tridimit dan kristobalit (Mejía *et al.*, 2016). Komposisi kimia abu sekam padi dapat mempengaruhi suhu yang tepat dimana transisi fase ini terjadi. Selain itu, telah dilaporkan bahwa sekam padi yang diolah terlebih dahulu dapat mempertahankan keadaan amorf bahkan pada suhu tinggi hingga 1000°C. Dengan meningkatnya suhu pembakaran, sifat fisika silika juga mengalami perubahan.

Menurut Soltani *et al* (2015) Pembakaran dengan suhu lebih tinggi menyebabkan berkurangnya tingkat pengotor logam, yang mungkin disebabkan oleh pembentukan fase yang lebih mudah menguap dan kurang stabil yang dilepaskan ke dalam fase gas. Selain itu, oksida logam alkali tanah menjadi lebih tahan api pada suhu yang lebih tinggi. Akibatnya, suhu pembakaran yang lebih tinggi menghasilkan ukuran artikel abu yang lebih besar dan berkurangnya keberadaan pori-pori meso dan mikro.

Menurut Nzereogu *et al* (2023) ada beberapa parameter keberhasilan pembakaran dalam ekstraksi silika amorf dari abu sekam padi sebagai berikut :

#### 1) Kontrol Suhu

Salah satu faktor utama yang mempengaruhi pembentukan silika amorf adalah suhu pembakaran. Untuk mendapatkan silika amorf dalam abu sekam padi, suhu pembakaran harus dikontrol secara hati-hati dalam kisaran tertentu. Biasanya, kisaran suhu antara 550°C dan 750°C. Dalam rentang ini, silika tetap berada dalam keadaan amorf mencegahnya berubah menjadi kristal.

#### 2) Karakteristik Sekam Padi

Karakteristik sekam padi yang digunakan berpengaruh terhadap pembentukan silika amorf. Faktor lainnya seperti jenis sekam padi, kadar air, dan keberadaan pengotor dapat mempengaruhi proses pembakaran (Joglekar *et al.*, 2019). Sekam dengan tingkat pengotor yang lebih tinggi membutuhkan kontrol suhu yang ketat untuk memastikan pembentukan silika amorf sehingga pemilihan sumber sekam padi yang sesuai untuk proses ekstraksi sangat penting.

#### 3) Waktu Tinggal

Durasi sekam padi berkontak dengan suhu pembakaran atau lebih dikenal dengan waktu tinggal, waktu tinggal yang lebih lama dengan suhu tertentu membantu konversi silika menjadi benak amorf yang diinginkan. Waktu tinggal yang memadai sangat penting untuk memastikan bahwa silika tidak kembali ke struktur kristal yang dapat membahayakan pengaplikasian.

#### 4) Ketersediaan Oksigen

Ketersediaan oksigen selama proses pembakaran sangat diperlukan. Oksigen memfasilitasi pemakaran sempurna bahan organik didalam sekam padi, sehingga

pembentukan fase yang tidak diinginkan. Ventilasi yang baik dan pasokan oksigen yang tidak terputus sangat penting untuk mempertahankan silika amorf.

#### 5) Laju Pendinginan

Laju pendinginan pasca pembakaran merupakan faktor yang mempengaruhi integritas struktural silika. Perubahan suhu yang tiba-tiba dapat mencegah pembentukan fase kristal. Pendinginan bertahap atau paparan suhu yang lebih rendah pembakaran mungkin secara tidak sengaja menyebabkan perkembangan struktur kristal silika yang tidak diinginkan.

#### 6) Luas Permukaan dan Kemurnian

Luas permukaan dan kemurnian abu sekam padi yang dihasilkan juga menunjukkan pembentukan silika amorf. Kemurnian yang tinggi dan luas permukaan yang lebih besar umumnya dikaitkan dengan silika amorf, sedangkan bentuk kristal mungkin memiliki luas permukaan yang lebih rendah dan tingkat pengotor yang lebih tinggi.

#### 7) Perlakuan Prekursor

Perlakuan awal sekam padi sebelum pembakaran dapat mempengaruhi parameter keberhasilan pembakaran secara signifikan. Teknik seperti pencucian asam atau perlakuan kimia diterapkan untuk mengubah sifat sekam padi, sehingga berdampak pada pembentukan silika amorf selama pembakaran. Perlakuan ini dapat meningkatkan efisiensi proses ekstraksi secara keseluruhan.

#### 8) Instrumentasi dan Pemantauan

Instrumentasi dan pemantauan tingkat lanjut selama proses pembakaran sangat penting untuk memastikan bahwa suhu tetap dalam suhu yang ditentukan dan faktor lainnya seperti waktu tinggal dan pasokan oksigen dikontrol secara ketat.

Pengendalian parameter pembakaran dalam proses silika amorf pada abu sekam padi merupakan proses yang melibatkan kontrol suhu yang tepat, pertimbangan karakteristik sekam padi, dan pengelolaan faktor lainnya seperti waktu tinggal, laju pendinginan, dan kestabilan oksigen secara cermat.

Parameter-parameter ini sangat penting untuk menghasilkan silika amorf yang berkualitas tinggi yang cocok untuk berbagai aplikasi industri, dimana sifat uniknya menawarkan keuntungan yang signifikan.

### 2.3.1.2 Metode Kimia

Nano-silika yang murni sangat digemari di berbagai sektor, seperti obat-obatan, pewarna, kromatografi, sistem penghantaran obat, komponen elektronik, katalis dan bahan adsorben. Abu sekam padi yang berasal dari pembakaran, jika tidak diolah dengan asam atau alkali mengandung kurang 95% berat  $\text{SiO}_2$  (Hossain *et al.*, 2018), dan sisanya terdiri dari berbagai oksida alkali dan pengotor. Jika dilakukan perlakuan asam atau alkali yang tepat abu sekam padi kandungan  $\text{SiO}_2$  di dalamnya dapat ditingkatkan hingga melampaui 99% berat, maka dari itu banyak peneliti telah mengadopsi beragam metodologi kimia untuk menghasilkan nano-silika dengan kemurnian tinggi. Sekam padi mengandung berbagai zat, seperti selulosa, hemiselulosa, lignin dan bahan anorganik, yang dapat diisolasi menggunakan metode yang melibatkan panas dan bahan kimia seperti pada penelitian Bathla *et al.*, (2018) menggunakan pemanasan dan bahan kimia pada saat ekstraksi dengan hidrothermal metode berhasil mensintesis silika amorf dari abu sekam padi. Transformasi zat dalam sekam padi dipengaruhi oleh pH. Ketika pH rendah, selulosa dan hemiselulosa larut dalam air dan dapat dipisahkan dari sisa padatnya, yang sebagian besar mengandung lignin dan bahan anorganik. Namun sebaliknya, peningkatan pH menghilangkan keberadaan lignin dalam sekam padi (Vaibhav *et al.*, 2015). Dalam proses hidrolisis polisakarida, pengotor logam seperti  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  dan  $\text{MgO}$  dihilangkan melalui proses pembilasan. Ikatan ester dalam lignin dipecah oleh kondisi hidrothermal basa, menyebabkan lignin larut (Adam *et al.*, 2011). Lignin kemudian dapat diisolasi dari residu padat. Selain itu, silika dan beberapa xilan sebagian dilarutkan ke dalam fase cair melalui perilaku thermal basa. Silika amorf larut pada larutan dengan pH 9,14. Berdasarkan penelitian Song *et al.* (2018) pada pH tinggi molekul kecil-kecil pada larutan akan membentuk hingga menjadi molekul besar dalam jumlah yang cukup agregat fraktal dan jumlah molekul kecil berkurang karena proses pematangan. Silika amorf juga dapat mengeras dengan menurunkan pH. Partikel silika dapat dirancang untuk mengeras dengan kualitas tertentu untuk diaplikasikan di berbagai sektor.

Prosedur kimia secara kasar dapat dibagi menjadi proses basa dan asam :

#### 1) Ekstraksi Silika Dengan Proses Asam

Sekam padi dapat dilakukan prosedur perlakuan asam sebelum atau sesudah proses pembakaran untuk menghilangkan bahan organik dan kontaminan logam. Perlakuan asam sebelum pemanasan pada dasarnya disebut sebagai pencucian asam. Pada penelitian Azat *et al* (2019) menggunakan 2 jenis asam dalam penelitiannya yaitu asam sitrat dan asam klorida dari hasil penelitian tersebut terbukti pencucian menggunakan HCl menghasilkan produk dengan kemurnian lebih tinggi di bandingkan dengan asam sitrat namun perlakuan dengan asam sitrat terbukti kompetitif karena kemurnian yang diperoleh tinggi (98,67%), dengan biaya lebih rendah dan dampak lingkungan berkurang.

Perlakuan asam yang dilakukan setelah pembakaran untuk memperoleh silika dari abu, pada dasarnya disebut ekstraksi asam (Nayak dan Datta, 2021). Telah ditemukan bahwa pencucian asam menghasilkan kemurnian dan luas permukaan yang lebih baik. Asam sulfat, hidrogen klorida dan asam oksalat semuanya diuji (Larock, 1995) untuk melihat seberapa baik menghilangkan bahan organik dan kontaminan logam. Selulosa dan hemiselulosa terbukti berhasil dilarutkan dan dihilangkan dengan asam sulfat, sedangkan lignin tidak. Asam oksalat dan hidrogen klorida keduanya menguraikan hemiselulosa. Konsentrasi, waktu reaksi, dan suhu larutan asam mempengaruhi kapasitasnya untuk melarutkan kontaminan organik dan logam dari sekam padi. Secara historis, asam sulfat, hidrogen klorida, dan asam nitrat telah digunakan untuk pencucian asam pada sekam padi. Larutan asam kuat dapat membentuk molekul yang lebih kecil seperti asam karboksilat alifatik dan furan yang merupakan penghambat mikroorganisme dan enzim, namun juga sangat berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan manusia. Oleh karena itu, upaya telah dilakukan untuk mengganti zat asam yang kuat ini dengan zat yang aman secara ekologis.

Perubahan silika dapat disebabkan oleh logam alkali yang terdapat pada sekam padi, yang dapat mendorong sintesis kristobalit. Logam alkali ini dapat dihilangkan dengan pencucian asam, menghentikan perubahan fasa silika.

## 2) Ekstraksi silika dengan proses basa (ekstraksi basa)

Ekstraksi basa dilakukan silika disintesis dari sekam padi dengan cara dilarutkan dalam media alkali kemudian diendapkan menggunakan media asam. Natrium hidroksida adalah zat alkali yang umum digunakan untuk mengisolasi

silika dari sekam padi dalam bentuk Natrium Silikat. Berikut merupakan reaksi yang terjadi :



Peleburan pada suhu tinggi mengakibatkan NaOH mencair dan terdisosiasi sepenuhnya menjadi ion  $\text{Na}^+$  dan ion  $\text{OH}^-$ . Elektronegativitas atom O yang tinggi pada  $\text{SiO}_2$  menyebabkan elektropositif dan menghasilkan *intermediet*  $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$  yang tidak stabil dan akan terjadi dehidrogenasi. Ion  $\text{OH}^-$  kedua akan berkaitan dengan hidrogen membentuk molekul air, sementara dua ion  $\text{Na}^+$  akan menyeimbangkan muatan negatif ion  $\text{SiO}_3^{2-}$  menghasilkan natrium silikat (Mujjyanti *et al.*, 2010).

Setelah proses pembentukan natrium silikat selanjutnya pembentukan menjadi silika gel dengan penambahan asam kuat yaitu HCl hingga pH netral sehingga membentuk asam silikat. Berikut reaksi yang terbentuk antara natrium silikat dengan asam klorida adalah sebagai berikut :



Penambahan asam klorida (HCl) dalam sintesis silika gel menyebabkan asam silikat ( $\text{Si}(\text{OH})_4$ ) yang merupakan monomer silika gel, membentuk gugus siloksan (Si-O-Si). Akibatnya silika gel yang dihasilkan menjadi lebih kaku. Proses pembentukan gugus siloksan (Si-O-Si), terjadi karena gugus OH dari  $\text{Si}(\text{OH})_4$  mengalami hidrasi dan membentuk  $\text{OH}_2^+$  yang merupakan gugus pergi (*leaving group*) yang efisien. Proses ini memudahkan gugus  $-\text{OH}$  yang lain untuk mendistribusikan  $\text{OH}_2^+$  yang pergi sehingga terbentuk gugus atau ikatan siloksan (Si-O-Si) yang menghubungkan gugus silanol (Si-OH) satu dengan yang lainnya (Fahnur, 2018).

Penelitian sebelumnya telah menggunakan abu sekam padi yang diberi perlakuan asam sebagai bahan awal untuk ekstraksi alkali (Jung *et al.*, 2010). Untuk mencegah lignin dan silika terekstraksi dari sekam padi dengan larutan alkali, yang dapat berdampak negatif pada kualitas natrium silikat yang dihasilkan, perlakuan panas sering digunakan untuk menghilangkan lignin sebelum ekstraksi alkali.

### 3) Ekstraksi silika dengan proses hidrotermal

Proses hidrotermal melibatkan suhu dan tekanan tinggi. Proses hidrothermal merupakan metode yang efisien dan ramah lingkungan untuk mengekstraksi silika dari sekam padi, dapat digunakan sebagai sumber silika untuk berbagai aplikasi. Proses ini juga mengurangi dampak lingkungan dari pembuangan sekam padi dan menghasilkan produk bernilai tambah dari limbah pertanian. Proses hidrothermal terdiri dari tiga tahap utama : perlakuan basa, pencucian asam, dan filtrasi. Perlakuan basa dilakukan dengan mencampurkan sekam padi dengan natrium hidroksida atau kalium hidroksida dan memanaskannya pada suhu 80-100°C selama beberapa jam (Kamari dan Ghorbani, 2021). Langkah ini melarutkan lignin dan hemiselulosa dalam sekam padi, meninggalkan abu kaya silika. Pencucian asam dilakukan dengan menambahkan asam klorida atau asam sulfat kedalam abu dan memanaskannya pada suhu 80-100°C selama beberapa jam. Pada proses ini menghilangkan kotoran logam dan meningkatkan kemurnian silika. Filtrasi dilakukan dengan memisahkan silika dari fasa cair menggunakan kertas saring atau membran. Silika yang terekstraksi memiliki kemurnian 83-97% tergantung pada kondisi dan parameter proses (Kumari *et al.*, 2023). Silika juga memiliki luas permukaan porositas dan reaktivitas yang tinggi sehingga cocok untuk berbagai aplikasi.

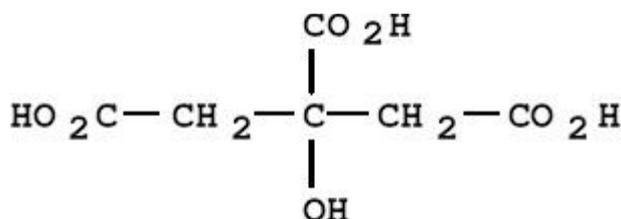
#### **2.4. Jenis pelarut yang digunakan pada proses *leaching***

Sebelum dilakukannya proses ekstraksi dilakukan *leaching* atau pelindian pada abu sekam padi untuk menurunkan kadar pengotor yang menempel pada abu sekam padi sehingga meningkatkan kadar  $\text{SiO}_2$  yang terkandung didalamnya. Pelindian dapat dilakukan melalui berbagai metode, salah satunya adalah dengan menggunakan asam sebagai pelarut, karena dalam beberapa penelitian terbukti meningkatkan kadar silika pada bahan baku, maka dari itu penulis menggunakan 2 jenis asam yang akan menjadi pelarut pada proses *leaching* yaitu asam sitrat dan asam kuat. Berikut merupakan penjelasannya :

##### 1) Asam Sitrat

Asam sitrat merupakan asam lemah. Asam sitrat (asam 2-hidroksida-propana-1,2,3-trikarboksilat) mendapatkan namanya dari kata latin jeruk, pohon yang

buahnya seperti lemon. Asam sitrat adalah asam tikaarboksilat. dengan berat molekul 210,14 g/mol, yang mengandung tiga gugus fungsi karboksilat dengan tiga nilai pKa yang berbeda (3.1, 4.7 dan 6.4) (Berezina, 2014). Asam sitrat adalah asam organik yang sangat berguna, terutama dalam industri makanan, minuman, dan farmasi. Pada tingkat global dan di Indonesia, asam sitrat banyak dimanfaatkan. Penggunaan asam sitrat di Indonesia terbagi dengan 65% untuk industri makanan dan minuman, 20% untuk industri deterjen rumah tangga, dan 15% untuk industri tekstil, farmasi, kosmetik dan lainnya (Amalia *et al.*, 2020). Asam sitrat berasal dari tumbuhan dan hewan, tersedia secara luas dan dapat disintesis dengan metode kimia atau biotransformasi. Salah satu metode sintetik yang dikembangkan saat ini adalah biokonversi melalui fermentasi. Fermentasi dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor seperti suhu, pH, aerasi, nutrisi dan sumber karbon. Asam sitrat memiliki dampak signifikan terhadap lingkungan jika penggunaan yang tepat dan masih dalam kontrol, selain itu asam sitrat juga mudah terserap oleh tanah dan permukaan air.



Gambar 2.4 Struktur Kimia Asam Sitrat

Sumber : (Berezina, 2014)

## 2) Asam Klorida (HCl)

Asam Klorida merupakan asam kuat. Asam klorida (HCl) merupakan bahan kimia anorganik tidak berwarna dengan bau khas. Asam klorida larut dalam media cair hingga semua proporsi atau komposisi. Oleh karena itu, Asam klorida diklasifikasikan sebagai bahan kimia yang sangat asam. Secara teknik kadar asam klorida tersedia dalam jumlah 33-37% yang memiliki warna agak kuning. Umumnya, konsentrasi asam klorida yang lebih rendah digunakan untuk keperluan akademis dan larutan asam klorida dengan konsentrasi tinggi digunakan untuk keperluan industri. Salah satu penggunaan larutan asam klorida yang paling umum digunakan dalam industri adalah pengawetan asam di mana larutan asam klorida dengan konsentrasi tinggi digunakan untuk menghilangkan

pengotor permukaan seperti kerak dan karat yang ada di permukaan logam. Dampak dari asam klorida dengan pengelolaan yang tidak baik menyebabkan kerusakan terhadap lingkungan karena asam klorida bersifat korosif terhadap apapun yang dapat berbahaya untuk lingkungan. Asam klorida yang dibuang ke perairan dapat menyebabkan kerusakan ekosistem air. Jika senyawa asam klorida dapat merusak tumbuhan dan jika terhidup uap asam klorida dapat menyebabkan sesak nafas, muntah dan gejala lainnya terhadap manusia.

## **2.5 Instrumen Karakteristik Material**

Instrumen karakteristik yang digunakan pada penelitian ini meliputi *X-ray Diffraction (XRD)*, *X-ray fluorescence (XRF)*, dan *Fourier Transform infra-red (FT-IR)*.

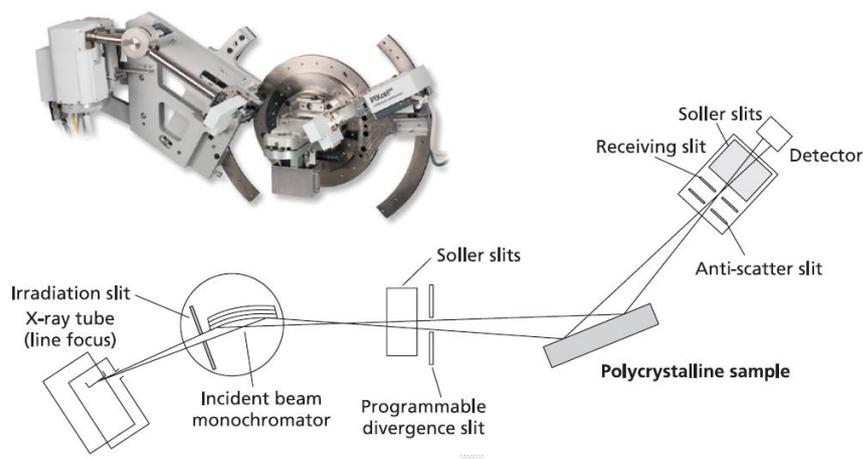
### **2.5.1 X-Ray diffraction analysis (XRD)**

*X-ray Diffraction (XRD)* adalah metode analisis serbaguna dan non-destruktif untuk menganalisa sifat material seperti fase, struktur, tekstur, dan banyak lagi sampel bubuk, sampel padat, atau bahkan sampel cair.

*X-ray Diffraction (XRD)* memberikan informasi terperinci tentang struktur kristalografi, komposisi kimia, dan sifat fisik suatu material. Metode ini berdasarkan pada interferensi konstruktif antara sinar-X monokromatik dan sampel kristal. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek, dihasilkan ketika partikel bermuatan listrik dengan energi yang tinggi melambat. Dalam XRD, sinar-X yang dihasilkan dikolimasi dan diarahkan menuju sampel nanomaterial. Interaksi antara sinar-X dan sampel menghasilkan sinar difraksi yang kemudian dideteksi, diproses, dan dianalisis. Intensitas sinar difraksi yang tersebar pada sudut material yang berbeda diplot untuk menampilkan pola difraksi.

Setiap fase material menghasilkan pola difraksi yang unik karena kimia dan susunan atom spesifik material. Pola difraksi adalah jumlah sederhana dari pola difraksi setiap fase. Ketidaktepatan dalam material sampel akan memengaruhi pola sinyal difraksi. Dalam hal ini, faktor-faktor yang berkontribusi terhadap ketidaktepatan sampel adalah heterogenitas komposisi, cacat

struktur kristal, noda mikro, dan ukuran kristalit. Adapun skema difraksi sinar-X ditunjukkan pada gambar



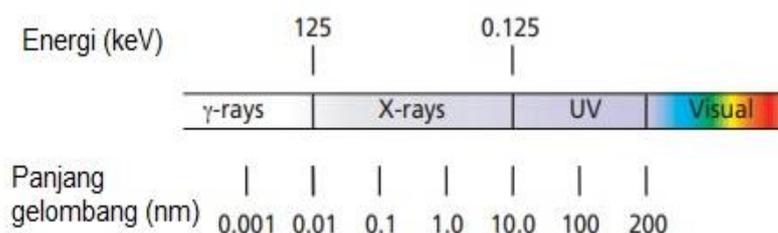
Gambar 2.5 Skema *X-Ray diffraction analysis* (XRD)  
(Sumber : Ermrich dan Oppen, 2011)

### 2.5.2 *X-ray fluorescence* (XRF)

*X-ray fluorescence* (XRF) adalah teknik analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi kimia berbagai jenis bahan, baik dalam bentuk padat, cair, bubuk, atau bentuk lainnya. metode *X-ray fluorescence* (XRF) juga berguna untuk mengukur ketebalan, komposisi lapisan dan pelapis. Metode ini cepat, akurat dan tidak merusak dan biasanya hanya memerlukan minimal persiapan sampel.

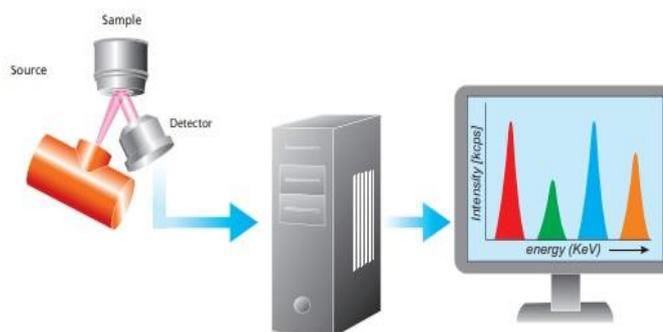
Sistem spektrometer dapat dibagi menjadi dua kelompok utama : sistem dispersif energi (EDXRF) dan sistem dispersif panjang gelombang (WDXRF). Elemen yang dapat dianalisis serta tingkat deteksi bergantung pada sistem spektrometer yang digunakan. EDXRF mampu menganalisa elemen dari natrium menjadi uranium (Na ke U), sedangkan WDXRF memiliki cakupan lebih luas, dari berilium hingga uranium (Be ke U). Rentang konsentrasi yang dapat diukur berkisar dari tingkat ppm hingga 100%. Secara umum, elemen dengan nomor atom yang lebih tinggi memiliki batas deteksi yang lebih baik dibandingkan dengan elemen yang lebih ringan. Presisi dan reproduktifitas analisis XRF sangat tinggi dan hasil yang sangat akurat dapat dicapai jika spesimen standar yang baik tersedia. XRF (*X-ray Fluorescence*) merupakan analisis non-destruktif dipakai

guna mengetahui komposisi unsur bahan. sinar-X dapat dilihat sebagai gelombang elektromagnetik dengan rentang panjang gelombang 0,01 – 10 nm atau dapat berupa berkas foton dengan rentang energi 0,125 – 125 KeV. panjang gelombang berbandin terbalik dengan energinya. menurut  $E \cdot \lambda = hc$ . E adalah energi dalam keV dan  $\lambda$  panjang gelombang dalam nm. suku hc adalah hasil kali konstanta planck dan kecepatan cahaya dan, dengan menggunakan keV dan nm sebagai satuan, memiliki nilai konstan sebesar 1,23985 (Brouwer, 2010).



Gambar 2.6 Rentang radiasi gelombang elektromagnetik  
(Sumber :Brouwer, 2010)

Konsep dasar semua spektrometer adalah sumber, sampel, dan deteksi sistem. sumber menyinari sampel, dan detektor mengukur radiasi berasal dari sampel. berikut merupakan cara kerja *X-ray fluorescence* (XRF) :



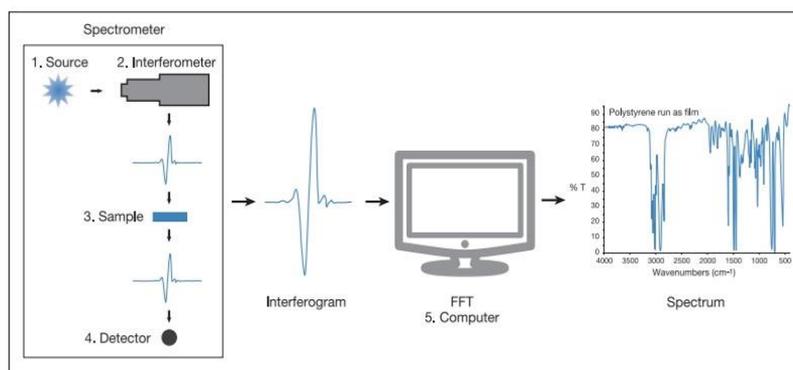
Gambar 2.7 Prinsip kerja *X-ray fluorescence* (XRF)  
(Sumber : Brouwer, 2010)

### 2.5.3 *Fourier Transform infra-red* (FT-IR)

*Fourier Transform infra-red* (FT-IR) adalah teknik yang digunakan untuk mengumpulkan spektra infra merah. Teknik ini menggantikan metode pencatatan jumlah energi yang diserap, menyebabkan peningkatan dalam amplitudo getaran

atom-atom terikat, sehingga molekul berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi. Spektrum inframerah telah banyak diterapkan dalam penelitian dan industri karena mudah dalam penggunaannya sebagai pengukuran, uji kualitas dan analisis dinamik sebuah sampel.

Instrumen *Fourier Transform infra-red* (FT-IR) memancarkan radiasi infra merah dengan rentang sekitar  $10.000 - 100 \text{ cm}^{-1}$  melalui sampel, dengan sebagian radiasi diserap dan sebagian lagi melewati sampel tersebut. Radiasi yang diserap diubah menjadi energi rotasi atau getaran oleh molekul sample. Sinyal yang terdeteksi kemudian diubah menjadi spektrum, biasanya dalam rentang  $4000 \text{ cm}^{-1}$  hingga  $400 \text{ cm}^{-1}$ , yang mewakili sidik jari molekuler sampel. setiap molekul atau struktur kimia memberikan pola spektral yang unik, menjadikan FT-IR sebagai alat yang efektif untuk identifikasi kimia. (RTI L. 2015)



Gambar 2.8 Prinsip Kerja FT-IR  
(Sumber :Griffiths, P. R. 1975)

## 2.6 Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian mengenai penggunaan sekam padi sebagai alternatif penghasil silika yang dilakukan sebelumnya dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 2.4 Tabel Penelitian Terdahulu

No	Nama	Judul dan Tahun Penelitian	Hasil Penelitian
1	Junko Umeda, Katsuyoshi Kondoh*	<i>High-purity amorphous silica originated in rice husks via carboxylic acid leaching process</i> (2010)	• suhu pembakaran optimal sekam padi kurang dari $1000^{\circ}\text{C}$ dengan kemurnian 99%
2	S. Azat, Korobeinyk, Moustakas, Inglezakis, A.V. K. V.J.	<i>Sustainable production of pure silica from rice husk waste in Kazakhstan</i> (2019)	• Silika amorf kemurnian 99,69%, nilai yield 20% • Luas permukaan

No	Nama	Judul dan Tahun Penelitian	Hasil Penelitian
			980 m <sup>2</sup> /g. dengan <i>pretreatment acid</i>
3	P.P. Naya & A.K. Datta	<i>Synthesis of SiO<sub>2</sub>-Nanoparticles from Rice Husk Ash and its Comparison with Commercial Amorphous Silica through Material Characterization</i> (2020)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Perlakuan termal langsung terhadap RH kemurnian yaitu 95,6%</li> <li>• Perlakuan asam sitrat yaitu 98,67%..</li> <li>• Nanopartikel silika (SiO<sub>2</sub>-NPs) dengan hasil 93,08 ± 0,11%</li> <li>• SiO<sub>2</sub>-NP yang diekstraksi (17,71 ± 7,53 nm) dan silika kelas komersial (19,49 ± 13,03 nm).</li> <li>• Mikrostruktur dan karakteristik komposisi dari SiO<sub>2</sub>-NP yang diekstraksi setara dengan C-silika yang tersedia di pasaran.</li> </ul>
4	Galang Fajar Agung M., Muhammad Rizal Hanafie Sy., Primata Mardina	Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Dengan Pelarut KOH	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Hasil penelitian menunjukkan <i>yield</i> silika terbesar adalah 50,49% terjadi pada KOH 10% dan waktu ekstraksi 90 menit.</li> </ul>
5	Seitkhan Azat, Zhanar Sartova, Kalampyr Bekseitova and Kydyr Askaruly	<i>Extraction of high-purity silica from rice husk via hydrochloric acid leaching treatment</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• silika amorf dengan kemurnian tertinggi (98,2%–99,7%)</li> <li>• luas permukaan spesifik antara 120 dan 980 m<sup>2</sup>/g adalah amorf,</li> <li>• diameter porositas menurun dari 26,4 nm menjadi 0,9 nm,</li> <li>• Volume pori spesifik meningkat dari 0,5 menjadi 1,2 cm<sup>3</sup>/g</li> </ul>