

## PENGARUH METODE PRETREATMENT PADA PROSES EKSTRAKSI BIOSILIKA DARI SEKAM PADI

Rosalin<sup>1)</sup>, Ridhawati<sup>1)</sup>, M. Yasser<sup>1)</sup>, Sakius Ruso<sup>2)</sup>, Amelya Friyanti<sup>3)</sup>, Dewi Ulfa<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

<sup>2)</sup>Penyelia Laboratorium Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

<sup>3)</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

### ABSTRACT

The aim of this research to analyze the pretreatment method of the biosilica extract from rice husk. The biosilica extract from rice husk was used sodium hydroxide 10% and combination with hot water to results sodium silicate solution. In addition to bending a biosilica gel by appending HCl 10% up to pH = 7. The biosilica products were analyzed by X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The obtained results represent that SiA sample was amorphous, but SiB and SiC samples were crystalline structures. The FTIR spectra of the biosilica extract have silanol groups dan siloxane groups at the wavenumber  $796\text{ cm}^{-1}$  and  $1103\text{ cm}^{-1}$  respectively. This result can be proposed that rice husk from agricultural environment waste have economic value to produce biosilica

**Keywords:** *rice husk, biosilica, extraction process, agricultural waste*

### 1. PENDAHULUAN

Sulawesi Selatan merupakan salah satu produsen utama padi di Indonesia. Peningkatan produksi padi di Sulawesi Selatan tahun 2018 mencapai 10,87 juta ton gabah kering giling [1]. Peningkatan produksi padi akan diikuti peningkatan limbah penggilingan padi, diantaranya berupa sekam. Sekitar 20% berat gabah merupakan sekam. Komposisi sekam padi sekitar 50% selulosa, 25-30% lignin, dan 15-20% silika [2]. Sekam padi memiliki potensi yang dapat dikembangkan sebagai sumber silika. Produk silika dari sekam padi merupakan silika dari bahan alam yang bersifat berkelanjutan dan dapat diperbaharui. Silika yang diperoleh dari abu sekam padi (rice husk ash, RHa) merupakan silika amorf hasil pembakaran sempurna pada suhu  $550\text{-}700^\circ\text{C}$  selama satu jam [2].

Potensi sekam padi yang cukup banyak dapat dimanfaatkan sebagai sumber biosilika karena memiliki kandungan silika cukup tinggi sekitar 94-98% setelah mengalami proses pemanasan sempurna [3], bersifat *renewable material, sustainable*, dan biaya pengolahannya relatif mudah dan murah [4]–[6]. Proses pengolahan biosilika dari sekam padi dapat dilakukan melalui proses ekstraksi menggunakan larutan asam klorida (HCl) hingga mencapai derajat keasaman netral [7]–[10]. Metode *pretreatment* pada proses ekstraksi biosilika bertujuan menghilangkan senyawa organik seperti lignin dan selulosa [11].

Sekam padi (rice husk, RH) adalah limbah pertanian yang diperoleh dari lapisan luar gabah selama proses penggilingan. Produksi padi tahun 2018 di Sulawesi Selatan mencapai 10,87 juta ton gabah kering giling [1]. Silika amorf yang terdapat pada sekam padi atau bahan organik lainnya memiliki karakteristik reaktif jika dibandingkan dengan silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang dapat diperoleh setelah pemanasan menjadi abu pada temperatur  $400^\circ\text{C}$ . Proses pengabuan sekam merupakan usaha untuk memudahkan diversifikasi penggunaan sekam padi dengan mengubah bentuk yang lebih sederhana, praktis dan tidak voluminous.

Abu sekam memiliki fungsi mengikat logam berat dan dapat menggemburkan tanah sehingga mempermudah akar tanaman menyerap unsur hara [12]. Abu sekam padi merupakan material pozzolan (*pozzolanic*) yang mengandung senyawa silika dan alumina. Pemanfaatan abu sekam padi sebagai material pozzolan pada semen akan memberikan beberapa keuntungan diantaranya adalah peningkatan kekuatan semen, peningkatan sifat durabiliti, penurunan biaya pembuatan semen, dan pemanfaatan limbah buangan untuk mengurangi emisi gas karbondioksida. Selain itu abu sekam padi merupakan bahan substitusi pada pembuatan refraktori, keramik, maupun sebagai bahan insulator [2].

Biosilika yang diperoleh dari biomassa (tumbuhan), abu batu bara dan lumpur panas bumi bersifat amorf dan lebih reaktif karena adanya gugus hidroksil (silanol, Si-OH) [13]. Teknik perlakuan awal dari biomassa dapat dilakukan dengan menggunakan metode pemanasan dengan oven [8], [9], perendaman dan

<sup>1</sup> Korespondensi penulis: Ridhawati, Telp 081342708424, ridha331@poliupg.ac.id

pencucian menggunakan air hangat [3], larutan hidroksida logam alkali seperti NaOH [7] dan KOH [14], larutan asam [6] maupun pelarut ionik [4].

Prima AH dkk, 2015 melakukan *pretreatment* pada sekam padi menggunakan pelarut NaOH 1N pada suhu 80°C selama 1 jam. Proses ekstraksi dilakukan dengan metode pengendapan silika menggunakan HCl dan asam asetat. Produk biosilika yang dihasilkan memiliki ikatan gugus Si-OH dan Si-O-Si, surface area 65,558 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,1935 cc/g dan diameter pori 5,9 nm [5].

Varee Tyagi dkk, 2017 melakukan metode *pretreatment* dari bahan baku sekam padi menggunakan pelarut NaOH yang dididihkan selama 1 jam. Sebelum proses ekstraksi dilakukan pretreatment menggunakan air pencuci yang ditambahkan HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hingga pH=7. Setelah proses ekstraksi, larutan disaring dan residu carbon dibilas menggunakan air panas. Air pencuci didinginkan hingga suhu ruang dan ditambahkan HCl hingga mencapai pH=7. Proses pengendapan silika disimpan selama 12 jam. Selanjutnya dicuci dengan air deionisasi dan disentrifus. Endapan dikeringkan pada suhu 80°C. Yield produk silika yang diperoleh adalah 25% dari berat abu sekam [6]

Dina W.I dkk, 2018 melakukan metode *pretreatment* menggunakan pelarut KOH 2,5-7% dan dipanaskan selama 30 menit. Larutan disaring dan dipisahkan antara residu dan filtrat selama 24 jam. Pengendapan silika dalam filtrat dilakukan dengan menambahkan HCl 10% hingga pH 7. Endapan dicuci dan dikeringkan pada suhu 80°C. Yield produk silika terbanyak diperoleh pada konsentrasi pelarut KOH 5% yaitu sebesar 4.5% [14].

Penelitian tentang metode *pretreatment* pada proses ekstraksi silika dari sekam padi telah diteliti menggunakan beberapa metode, diantaranya dengan merendam sekam padi menggunakan air hangat pada suhu 50°C selama 2 jam, dilanjutkan pencucian menggunakan larutan NaOH 1 M pada 50°C selama 3 jam. Ekstrak silika yang diperoleh sekitar 12,6-18,9% [15]. Lanny S., dkk 2015 melakukan metode *pretreatment* dengan pencucian sekam padi menggunakan aquadest, pengeringan menggunakan oven selama 2 jam, dilanjutkan proses pengabuan untuk menghilangkan zat organik. Kadar silika yang diperoleh mengalami peningkatan dari 85% menjadi 92-93% [16]. Metode *pretreatment* dari bahan baku sekam padi merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi karakteristik ekstrak silika yang dihasilkan.

Proses pengabuan sekam padi pada perlakuan awal sebelum proses ekstraksi berpengaruh terhadap karakteristik biosilika yang dihasilkan. Pengabuan pada temperatur 1050°C akan menghasilkan kemurnian silika yang lebih tinggi (98,85%) jika dibandingkan dengan tanpa proses pengabuan (94,66%). Peningkatan kemurnian silika akan mengakibatkan pembentukan silika pada fase *cryptoballite* dan *trydimite* [3].

Tujuan penelitian adalah untuk mengkaji pengaruh metode *pretreatment* dari bahan baku sekam padi sebelum dilakukan proses ekstraksi. Metode *pretreatment* yang dikaji adalah pengaruh pencucian menggunakan air panas dan NaOH 10% dilanjutkan dengan proses pengabuan. Analisis karakteristik produk biosilika menggunakan *x-ray diffractometer* (XRD), dan *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR).

## 2. METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan untuk mengekstraksi silika dari sekam padi adalah natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), aquabides (H<sub>2</sub>O), dan limbah sekam padi yang diperoleh dari penggilingan padi di Kab. Maros. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah timbangan analitik, peralatan gelas kimia, *magnetic stirrer*, furnace, oven, instrumen FTIR dan XRD. Penelitian dilakukan selama 8 bulan (Maret-Oktober) di Laboratorium Teknologi Proses dan Laboratorium Kimia Analitik/Instrument pada Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang.

Bahan baku sekam padi dibersihkan dari pengotor daun, ranting dan pengotor lainnya. Selanjutnya sekam padi dibakar pada ruang terbuka hingga menjadi abu. Metode *pretreatment* sebelum proses ekstraksi adalah pencucian menggunakan air hangat dan larutan NaOH 10%. Variabel penelitian yang akan dilakukan adalah metode *pretreatment* dari sekam padi. Preparasi metode *pretreatment* untuk **Sampel SiA** adalah pencucian dan perendaman dengan air panas pada suhu 70°C selama 2 jam, sedangkan **Sampel SiB** menggunakan teknik pencucian dan perendaman dengan air panas pada suhu 70°C selama 2 jam diikuti pencucian dengan NaOH 10% pada suhu 70°C selama 2 jam. Preparasi **Sampel SiC** menggunakan teknik pencucian langsung dengan larutan NaOH 10% sambil dipanaskan pada suhu 70°C selama 2 jam. Tahap preparasi untuk semua sampel adalah penyaringan. Setelah proses penyaringan, filtrat dari masing-masing sampel dilanjutkan pada proses ekstraksi.

**Ekstraksi biosilika dari sekam padi**

Proses ekstraksi biosilika dari sekam padi menggunakan pelarut HCl 10%. Filtrat dari preparasi ditetaskan dengan larutan HCl 10% hingga membentuk gel dan dibilas dengan aquades. Produk gel biosilika dikeringkan menggunakan oven pada suhu 90°C selama 1 jam dilanjutkan kalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam dan dikarakterisasi menggunakan XRD dan FTIR

**3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

Proses ekstraksi silika dari sekam padi dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu: preparasi sekam padi melalui proses delignifikasi menggunakan air panas dan larutan pencuci NaOH. Ekstrak yang diperoleh diendapkan dengan larutan HCl 10%. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Senyawa natrium silika ditetaskan secara perlahan-lahan hingga pH netral yang ditandai dengan pembentukan gel silika. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Preparasi sekam padi untuk proses ekstraksi

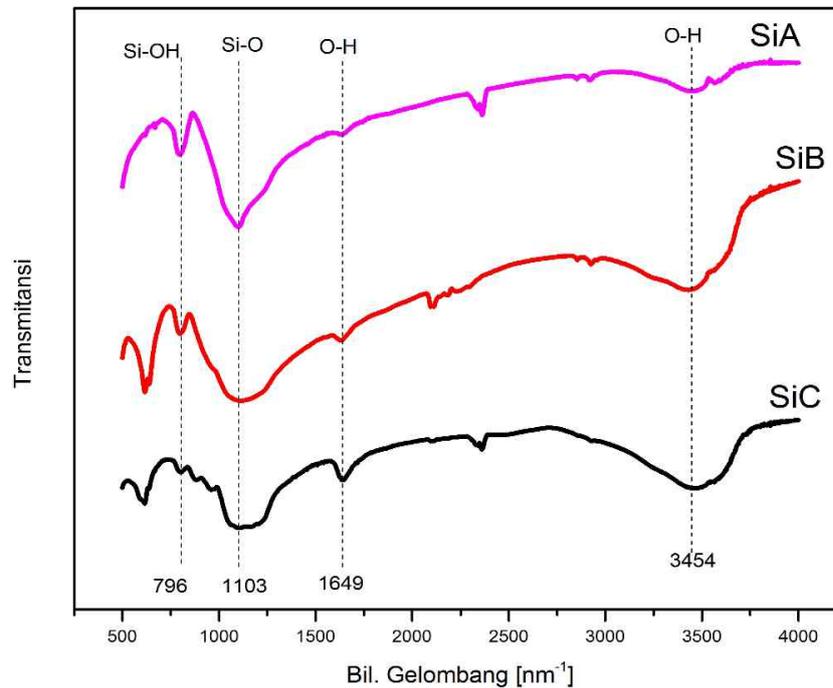


Gambar 2. Produk biosilika sekam padi untuk sampel SiA, SiB, dan SiC

Silika yang terbentuk selanjutnya dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam. Produk silika yang terbentuk selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD dan FTIR untuk mengetahui bentuk kristal dan gugus ikatan yang terbentuk.

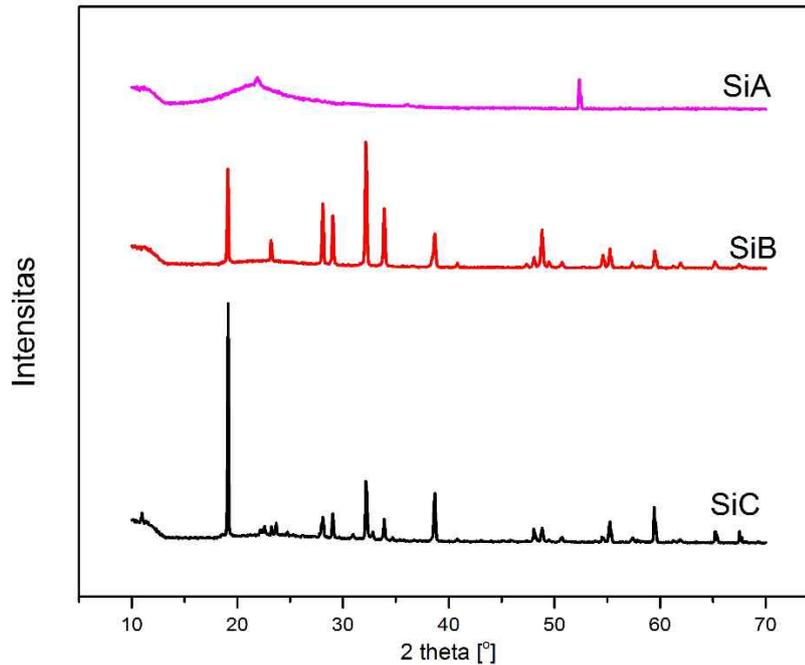
Warna biosilika sampel SiB dan SiC lebih putih dan bersifat higroskopis. Bentuk fisik sampel SiB dan SiC memiliki kemiripan, namun untuk sampel SiA memiliki bentuk dan warna yang gelap jika dibandingkan dengan sampel lainnya. Analisis kualitatif sampel ekstrak biosilika sekam padi dilakukan dengan

menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui gugus siloksan dan silanol. Instrumen XRD digunakan untuk mengetahui bentuk kristal dari produk biosilika sekam padi.



Gambar 3. Spektrum FTIR ekstrak biosilika sekam padi

Gambar 3 menunjukkan spektrum FTIR untuk biosilika SiA, SiB, dan SiC. Spektrum *infra red* (IR) sampel SiB dan SiC memiliki kemiripan intensitas puncak jika dibandingkan dengan SiA. Preparasi sampel SiA menggunakan aquades panas pada suhu 70°C dapat mengakibatkan intensitas spektrum yang lebih tajam jika dibandingkan dengan preparasi menggunakan NaOH. Ekstrak biosilika yang dihasilkan memiliki gugus silanol dan siloksan. Bilangan gelombang 796  $\text{cm}^{-1}$  dan 1103  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si. Bilangan gelombang yang terlihat pada spektrum IR namun tidak teridentifikasi merupakan pengotor yang terikat pada sampel biosilika. Vibrasi ulur gugus -OH dari permukaan Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 1649 dan 3454  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 4. Difraktogram XRD ekstrak biosilika sekam padi

Gambar 4 menunjukkan difraktogram XRD produk biosilika sekam padi. Difraksi sampel SiB dan SiC memperlihatkan pola difraksi yang sama, sedangkan difraksi sampel SiA berbeda dengan sampel lainnya. Difraksi sampel SiA terdapat puncak yang lebar pada pengukuran 2 theta  $23^\circ$ . Hal ini mengindikasikan bahwa sampel SiA memiliki bentuk kristal yang amorf [17], sedangkan puncak difraksi sampel SiB dan SiC lebih sempit dan tajam yang mengindikasikan bahwa bentuk kristal yang lebih banyak (kristalin)

#### 4. KESIMPULAN

- 1) Ekstrak biosilika dari sekam padi dapat diperoleh melalui proses delignifikasi (*pretreatment*) menggunakan air panas maupun larutan NaOH. Proses pengendapan gel silika menggunakan larutan HCl 10% pada pH = 7.
- 2) Analisis spektrum *infrared* sampel biosilika sekam padi menunjukkan adanya gugus ikatan Si-OH (silanol) dan Si-O-Si (siloksan)
- 3) Analisis difraktogram XRD menunjukkan bentuk kristal sampel SiA adalah amorf sedangkan sampel SiB dan SiC memiliki bentuk kristal yang lebih kristalin.

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anonim, "Luas Panen dan Produksi Padi di Sulawesi Selatan 2018." BPS Provinsi Sulawesi Selatan, 2018.
- [2] R. Siddique and M. Iqbal Khan, "Rice Husk Ash," in *Supplementary Cementing Materials*, Engineering Materials, 2011, pp. 231–279.
- [3] S. Sembiring and P. Karo-Karo, "PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP KARAKTERISTIK TERMAL DAN MIKROSTRUKTUR SILIKA SEKAM PADI," *Jurnal Sains MIPA Universitas Lampung*, vol. 12, no. 1, Jul. 2012.
- [4] H. Chen *et al.*, "Extraction of Lignocellulose and Synthesis of Porous Silica Nanoparticles from Rice Husks: A Comprehensive Utilization of Rice Husk Biomass," *ACS Sustainable Chem. Eng.*, vol. 1, no. 2, pp. 254–259, Feb. 2013.
- [5] P. A. Handayani, E. Nurjanah, and W. D. P. Rengga, "PEMANFAATAN LIMBAH SEKAM PADI MENJADI SILIKA GEL," *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, vol. 3, no. 2, pp. 55–59, Dec. 2014.
- [6] V. Tyagi, S. Pandit, A. Sharma, and R. Gupta, "Extraction and characterization of silica from rice husk for use in food industries," *International Journal of Food Science and Nutrition* 50, vol. 2, no. 4, pp. 50–53, Jul. 2017.

- [7] G. F. A. M, M. R. H. Sy, and P. Mardina, "EKSTRAKSI SILIKA DARI ABU SEKAM PADI DENGAN PELARUT KOH," *Konversi*, vol. 2, no. 1, pp. 28–31, Apr. 2013.
- [8] P. Coniwanti, R. Srikandhy, and A. Apriliyanni, "PENGARUH PROSES PENGERINGAN, NORMALITAS HCl, DAN TEMPERATUR PEMBAKARAN PADA PEMBUATAN SILIKA DARI SEKAM PADI," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 15, no. 1, Jan. 2008.
- [9] I. Pratomo, S. Wardhani, and D. Purwonugroho, "PENGARUH TEKNIK EKSTRAKSI DAN KONSENTRASI HCl DALAM EKSTRAKSI SILIKA DARI SEKAM PADI UNTUK SINTESIS SILIKA XEROGEL," *Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya*, vol. 2, no. 1, pp. 358-364–364, May 2013.
- [10] K. V. Selvakumar, A. Umesh, P. Ezhilkumar, S. Gayatri, P. Vinith, and V. Vignesh, "Extraction of Silica from Burnt Paddy Husk," p. 5.
- [11] N. Novia, D. Wijaya, and P. Yanti, "PENGARUH WAKTU DELIGNIFIKASI TERHADAP LIGNIN DAN WAKTU SSF TERHADAP ETANOL PEMBUATAN BIOETANOL DARI SEKAM PADI," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 23, no. 1, Jan. 2017.
- [12] H. Yahya, "KAJIAN BEBERAPA MANFAAT SEKAM PADI DI BIDANG TEKNOLOGI LINGKUNGAN: SEBAGAI UPAYA PEMANFAATAN LIMBAH PERTANIAN BAGI MASYARAKAT ACEH DI MASA AKAN DATANG," *Prosiding Biotik*, vol. 4, no. 1, Apr. 2018.
- [13] N. Riyanto, P. Sumardi, and I. Perdana, "Kinetika Pelarutan Silika Amorf dari Lumpur Panas Bumi Dieng," *Jurnal Rekayasa Proses*, vol. 6, no. 1, pp. 1–6, Nov. 2013.
- [14] D. W. Indriani, "OPTIMIZATION OF SILICA EXTRACTION OF RICE HUSK (ORYZA SATIVA L.) TO INCREASE ABSORPTION PLANT NUTRIENTS," *Journal of Environmental Engineering and Sustainable Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 68–72, Nov. 2018.
- [15] N. S. Hassan, K. Haji Badri, and L. S. Lim, "Silica Extraction from Rice Husk by Warm Water Pretreatment," *Advanced Materials Research*, 2015. [Online]. Available: <https://www.scientific.net/AMR.1087.309>. [Accessed: 14-Feb-2019].
- [16] L. Sapei, "KARAKTERISASI SILIKA SEKAM PADI DENGAN VARIASI TEMPERATUR LEACHING MENGGUNAKAN ASAM ASETAT."
- [17] R. . Thahir, A. W. Wahab, N. L. Nafie, and I. Raya, "SYNTHESIS OF MESOPOROUS SILICA SBA-15 THROUGH SURFACTANT SET-UP AND HYDROTHERMAL PROCESS," *RJC*, vol. 12, no. 03, pp. 1117–1126, 2019.

## 6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Politeknik Negeri Ujung Pandang atas pembiayaan penelitian Rutin DIPA 2019.