

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SILIKA DARI SEKAM PADI



Disusun Oleh:

- 1. Andy Chandra, S.T., M.M**
- 2. Y.I.P. Arry Miryanti, Ir., M.Si.**
- 3. Livia Budyanto Widjaja**
- 4. Andika Pramudita**

Narasumber : Dr. Lanny Sapei

**Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat
Universitas Katolik Prahayangan
2012**

ABSTRAK

Indonesia sebagai negara penghasil padi terbesar ketiga didunia menghasilkan limbah agrikultural yang melimpah. Sekitar 20% dari limbah agrikultural yang diperoleh pada proses penggilingan padi merupakan sekam padi yang potensinya belum dimanfaatkan secara maksimal. Sekam padi memiliki kandungan silika yang cukup besar yaitu sekitar 16-18%. Oleh sebab itu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai salah satu alternatif sumber bio-silika yang dapat dimanfaatkan dalam industri kaca, semen, adsorben, dan bahan keramik.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengisolasi silika dari sekam padi dengan melakukan perlakuan awal menggunakan larutan asam dan diikuti dengan perlakuan thermal. Kemudian dikaji lebih lanjut pengaruh perlakuan asam terhadap kemurnian dan karakteristik silika serta pengaruh kondisi perlakuan thermal terhadap karakteristik silika yang dihasilkan.

Metode penelitian dibagi atas dua tahap yaitu tahap penyiapan sampel dan tahap penelitian utama. Pada tahap penyiapan sampel, sekam padi dicuci, dikeringkan dan kemudian dilakukan penentuan kadar abu serta silika. Sedangkan pada tahap penelitian utama, proses isolasi silika diawali dengan perlakuan awal menggunakan asam klorida atau asam sitrat untuk penghilangan senyawa pengotor inorganik yang dilanjutkan dengan proses thermal untuk penghilangan senyawa organik. Pembakaran dilakukan pada temperatur 350°C, 550°C, dan 750°C selama 1, 5, dan 10 jam. Silika yang dihasilkan kemudian dianalisis morfologinya dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), komposisi dan strukturnya dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *X-ray Diffraction* (XRD), serta luas permukaan spesifiknya dengan Brunauer, Emmett, Teller –*Surface Area Analyzer* (BET-SAA).

Yield abu dan silika yang diperoleh dari sekam padi pada penelitian ini berturut-turut ~22% dan ~19%. Berdasarkan hasil SEM, silika paling banyak terdapat pada bagian epidermis luar sekam padi selain trikoma (rambut-rambut halus). Perlakuan awal dengan asam klorida dan asam sitrat mampu mempertahankan struktur silika amorf walaupun dibakar pada temperatur 750°C serta silika murni berdasarkan uji XRD dan FTIR. Perlakuan awal dengan asam klorida dan asam sitrat dapat membantu melarutkan ion-ion pengotor dalam sekam padi sehingga dapat membantu meningkatkan luas permukaan spesifik abu sekam padi. Silika yang dihasilkan berwarna putih yang menunjukkan tingkat kemurnian yang cukup tinggi serta memiliki luas permukaan spesifik ~250-300 m²/g, sehingga memiliki potensi yang menjanjikan untuk dapat digunakan sebagai penyangga katalis atau adsorben.

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
DAFTAR ISI.....	ii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Khusus.....	3
1.3 Urgensi (Keutamaan) Penelitian.....	3
1.3.1 Keutamaan Penelitian dari Segi Bahan baku.....	3
1.3.1 Keutamaan Penelitian dari Segi Produk.....	4
1.3.1 Keutamaan Penelitian dari Segi Teknologi.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Sekam Padi.....	7
2.1.1 Komposisi Sekam Padi.....	7
2.1.2 Morfologi Sekam Padi.....	8
2.1.3 Sifat Fisik Sekam Padi.....	8
2.2 Silika.....	9
2.2.1 Silika pada Tanaman.....	9
2.2.2 Jenis-Jenis dan Struktur pada Silika.....	10
2.2.2.1 Silikon, Silika, dan Silikat.....	10
2.2.2.2 Silika Kristalin.....	11
2.2.2.3 Silika Amorf.....	12
2.3 Metode Isolasi Silika.....	13
2.3.1 Metode Non Thermal.....	13
2.3.1.1 Penghilangan Senyawa Inorganik.....	14
2.3.1.2 Hidrolisis Senyawa Organik oleh Larutan Asam.....	16
2.3.2 Metode Thermal/ Pembakaran.....	16
2.4 Karakterisasi Silika.....	18
2.4.1 Analisis Morfologi.....	18
2.4.2 Analisis Karakteristik Silika.....	18
BAB III METODE PENELITIAN.....	19

BAB IV JADWAL PELAKSANAAN.....	22
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
5.1 Penentuan Kadar Abu Sekam Padi dan Silika.....	23
5.2 Analisis FTIR.....	25
5.3 Penentuan Sifat Amorf Abu Sekam Padi.....	27
5.4 Morfologi Abu Sekam Padi.....	29
5.5 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Abu Sekam Padi.....	30
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....	33
6.1 Kesimpulan.....	33
6.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA.....	34

BAB I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia sebagai negara agraris merupakan negara produsen padi terbesar ketiga di dunia setelah Republik Rakyat Cina dan India (Anonim, 2012). Pada tahun 2005 Indonesia memproduksi 54 juta metrik ton padi yaitu sebesar 9% dari total produksi dunia dan terus meningkat hingga pada tahun 2010 yang mencapai 66 juta ton (Anonim, 2010; Anonim, 2011). Hingga saat ini hasil samping pengolahan padi serta limbahnya belum dimanfaatkan secara maksimal.

Sekam merupakan hasil samping saat proses penggilingan padi dan menghasilkan limbah yang cukup banyak, yakni sebesar 20% dari berat gabah (Somaatmadja, 1980). Produksi sekam padi di Indonesia terus mengalami peningkatan dari tahun ke tahun dan mencapai lebih dari 13 juta ton pada tahun 2010 (Anonim, 2010; Anonim, 2011) seperti dapat dilihat pada Gambar 1.1. Pemanfaatan sekam padi secara komersial masih relatif rendah. Hal ini disebabkan oleh karakteristik sekam padi yaitu bersifat kasar, bernilai gizi rendah, memiliki kerapatan yang rendah, dan kandungan abu yang cukup tinggi (Houston, 1972). Sekam padi secara umum digunakan sebagai media bercocok tanam, sebagai sumber energi dalam bentuk briket arang sekam, alas pakan ternak, atau dimusnahkan dengan cara pembakaran yang tidak dikendalikan.



Gambar 1.1 Produksi sekam padi di Indonesia tahun 2007-2010 (Anonim, 2010; Anonim, 2011)

Sekam padi memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu sebesar 18-22% (Luh, 1991). Oleh sebab itu sekam padi merupakan bahan baku yang cukup potensial sebagai sumber bio-silika dari sumber terbarukan dan sekaligus mampu meningkatkan nilai tambah sekam padi. Silika banyak dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, adsorben, dan lain-lain (Kirk-Othmer, 1984; Sun, 2001). Silika yang terdapat di dalam sekam padi memiliki sifat amorf, memiliki ukuran *ultra fine*, dan sangat reaktif (Chandrasekhar, 2003). Dengan demikian penggunaan bio-silika akan menghasilkan produk yang memiliki sifat yang berbeda dengan kualitas yang lebih baik. Penambahan silika amorf ke dalam adonan keramik mampu memberikan kekuatan keramik yang lebih baik dibandingkan dengan penambahan silika kristalin (Hanafi, 2010).

Silika dapat diisolasi dari sekam padi secara sederhana dengan cara pembakaran. Namun, tanpa perlakuan pembakaran yang tepat maka abu hasil pembakaran sekam padi hanya akan mengandung silika kristalin yang bersifat membahayakan dan dapat mengganggu kesehatan. Hal ini disebabkan oleh keberadaan senyawa-senyawa pengotor inorganik lainnya, yang mengandung K dan Na yang dapat menurunkan titik leleh silika yang dihasilkan sehingga dapat mempercepat perubahan fasa menjadi kristalin (Umeda, 2009). Zat-zat inorganik dalam sekam padi seperti mineral-mineral dalam jumlah yang sedikit dapat dihilangkan melalui perlakuan dengan asam menggunakan H_2SO_4 , HCl , atau HNO_3 (Chakraverty, 1988). Menurut Chandrasekhar (2006), asam klorida merupakan bahan kimia yang sangat efektif untuk mengurangi pengotor – pengotor yang terdapat di dalam sekam padi. Akan tetapi asam klorida sendiri cukup berbahaya bagi lingkungan dan manusia. Penggunaan asam kuat juga membutuhkan biaya yang cukup tinggi untuk peralatan anti korosi, penggunaan air yang banyak untuk membilas sekam padi, dan perlakuan khusus untuk pembuangan limbah. Untuk menghindari hal tersebut baru – baru ini digunakan asam sitrat sebagai pelarut untuk perlakuan awal (Umeda, 2008). Asam sitrat merupakan asam organik dan bersifat non-toksik, sehingga penggunaannya lebih aman dan ramah lingkungan dibandingkan dengan asam klorida yang bersifat korosif. Pembakaran sekam padi yang didahului dengan perlakuan dengan asam sitrat dengan konsentrasi 5% terbukti dapat menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi dan bersifat amorf walau dibakar hingga temperatur $1000^{\circ}C$ (Umeda, 2008). Sekam padi yang telah dimurnikan dari pengotor inorganik

kemudian dibakar untuk penghilangan senyawa-senyawa organik. Namun pembakaran yang dilakukan harus memiliki temperatur yang terkontrol (Harsono, 2002).

Pada penelitian ini dikaji proses isolasi silika dari sekam padi dengan menggunakan perlakuan asam (asam klorida dan asam sitrat) sebelum pembakaran untuk menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Proses pembakarannya dikaji pada beberapa temperatur dengan beberapa variasi *holding time* untuk melihat efeknya terhadap karakteristik silika yang dihasilkan. Metode XRD (*X-ray Diffraction*), FTIR (*Fourier-Transform Infra Red Spectroscopy*), SEM (*Scanning Electron Microscope*), serta BET (*Brunauer, Emmet, Teller surface area analyser*) digunakan untuk pengujian karakteristik silika yang diisolasi dari sekam padi.

1.2 Tujuan Khusus

1. Mempelajari pengaruh perlakuan awal (*pretreatment*) menggunakan 2 jenis asam, yaitu asam klorida dan asam sitrat pada sekam padi terhadap kemurnian dan karakteristik silika yang dihasilkan.
2. Mempelajari pengaruh kondisi proses pembakaran (temperatur dan *holding time*) terhadap karakteristik silika yang dihasilkan.
3. Mempelajari pengaruh kondisi proses pembakaran terhadap morfologi abu sekam padi.
4. Mempelajari karakteristik silika (sifat amorf, jenis silika, porositas, luas permukaan spesifik) yang dapat diperoleh dari sekam padi untuk penggunaan lebih lanjut di bidang-bidang aplikasi tertentu.

1.3 Urgensi (Keutamaan) Penelitian

1.3.1 Keutamaan Penelitian dari Segi Bahan Baku

Limbah sekam padi banyak sekali terdapat di daerah pedesaan sebagai hasil produk samping penggilingan padi, dengan potensi yang melimpah. Sekam yang tidak terpakai akan menumpuk dan proses degradasinya berlangsung lambat, sehingga tumpukan limbah tsb dapat mengganggu lingkungan sekitarnya dan berdampak terhadap kesehatan manusia. Sekam seringkali dimusnahkan dengan cara dibakar pada temperatur tinggi yang tidak dikontrol sehingga menimbulkan polusi pada lingkungan di samping menghasilkan abu sisa pembakaran yang umumnya mengandung silika kristalin yang bersifat karsinogenik. Penggunaan sekam padi

masih terbatas sebagai media tumbuh, pakan ternak, dan biomassa/ sumber energi. Beberapa kendala yang menyebabkan sekam padi belum dapat digunakan secara komersil antara lain (Anonim, 2009):

1. Biaya transportasi dan volume penyimpanan tinggi karena sekam sangat ringan (*low bulk density*) yaitu sebesar 70-110 kg/m³.
2. Sekam padi sulit untuk dibakar dengan api pada ruang terbuka kecuali udara ditiupkan melalui sekam.
3. Pembakaran sekam padi dengan api pada ruang terbuka kurang dianjurkan karena kandungan abu dalam sekam padi cukup tinggi (17-26%) sehingga dapat menyebabkan polusi udara.
4. Karena kandungan silika yang tinggi, sekam padi menjadi sulit untuk terdekomposisi.

Kandungan silika dalam sekam padi yang cukup tinggi sangat prospektif untuk pengembangan produk-produk berbasis silika. Silika banyak digunakan sebagai bahan dasar pembuatan gelas, keramik, industri refraktori, *soluble silicate*, silikon karbida, dan bahan-bahan kimia lainnya berbasis silikon (Kirk-Othmer, 1984; Sun, 2001). Abu sekam padi yang mengandung > 90% silika banyak digunakan sebagai adsorben, abu gosok, bahan pengisi/ *filler*, dan bahan tambahan dalam pembuatan bahan bangunan seperti semen dan beton (Sun, 2001; Chandrasekhar, 2003; Chandrasekhar, 2006; Hanafi, 2010). Bagian organik dari sekam padi dapat diolah lebih lanjut menghasilkan bahan-bahan kimia seperti xylose, furfural, xylitol, ethanol, asam asetat, asam lignosulfonat (Chandrasekhar, 2003). Sebagai sumber energi, sekam padi biasanya digunakan sebagai biomassa atau dibuat dalam bentuk arang/briket, namun penggunaannya masih sangat terbatas.

1.3.2 Keutamaan Penelitian dari Segi Produk

Sekam padi dapat ditingkatkan nilai komersilnya dengan menggunakannya sebagai bahan baku berbasis limbah untuk berbagai macam industri berbasis silika amorf. Silika amorf yang terdapat di dalam sekam padi memiliki karakteristik yang lebih baik dibandingkan dengan silika kristalin. Berikut ini adalah beberapa efek buruk yang dapat ditimbulkan oleh silika kristalin terhadap kesehatan (Anonim A, 2006; Anonim B, 2006):

1. Silika kristalin jenis kuarsa menyebabkan silikosis, fibrosis (jaringan parut) paru-paru dan komplikasinya berujung pada kecacatan dan kematian.
2. Silika kristalin yang terhisap bersifat karsinogenik. Menurut IARC (*International Agency for Research on Cancer*) yang merupakan bagian dari WHO (*World Health Organization*) silika dengan struktur kristalin memiliki resiko karsinogenik bagi manusia.
3. Meningkatkan risiko terkena tuberkulosis (TBC), silikosis, bronchitis kronik dan emfisema.
4. Silika kristalin yang terhirup dalam jumlah berlebihan menyebabkan lupus, rheumatoid arthritis, penyakit ginjal kronis dan akut.
5. Menyebabkan abrasi kornea jika terkena mata.

Pada penelitian ini dikaji proses isolasi silika dari sekam padi dengan kemurnian yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan lebih lanjut sebagai sumber bahan baku silika untuk pembuatan senyawa-senyawa lain berbasis silikon. Silika sendiri dapat digunakan sebagai adsorben atau penyangga katalis (*catalyst support*). Sebagai bahan baku, silika dapat ditransformasi menjadi keramik seperti SiC dan Si₃N₄ atau menjadi silikon yang dapat digunakan sebagai bahan semikonduktor untuk sel surya. Silika sebagai bahan aditif banyak digunakan dalam industri ban, kosmetik, pasta gigi, cat, dsb.

1.3.2 Keutamaan Penelitian dari Segi Teknologi

Melalui pendekatan teknologi, sekam padi yang merupakan limbah penggilingan padi dapat diolah lebih lanjut menjadi produk yang bernilai lebih tinggi. Proses pengambilan atau ekstraksi silika dari sekam padi sudah banyak dikaji sejak empat dekade, namun pengetahuan mengenai metode isolasi silika dari sekam padi serta karakterisasinya masih sangat minim. Pada sebagian besar penelitian, hanya dilakukan pembakaran langsung sekam padi tanpa melakukan pengontrolan temperatur sehingga kebanyakan silika yang dihasilkan adalah silika yang memiliki struktur kristalin, seperti kristobalit dan tridimit (Chandrasekhar, 2003). Penggunaan perlakuan kimia menggunakan asam sebelum pembakaran mampu menghasilkan silika dengan kemurnian yang cukup tinggi tanpa mengubah karakteristik sifat amorf dari silika (Chandrasekhar, 2003). Lebih lanjut lagi, sekam padi yang mengalami perlakuan awal menggunakan asam klorida memiliki kemurnian yang jauh lebih baik dibandingkan dengan penggunaan asam-asam

inorganik lainnya seperti asam sulfat dan asam nitrat (Chakraverty, 1988). Asam klorida mampu melarutkan senyawa-senyawa pengotor inorganik lain selain silika yang terdapat di dalam sekam padi secara efektif. Baru-baru ini mulai dikaji penggunaan asam organik seperti asam sitrat untuk perlakuan awal sekam padi dan silika yang dihasilkan memiliki kemurnian yang masih tinggi (Umeda, 2008). Penggunaan asam organik lebih dikehendaki dibandingkan dengan asam inorganik seperti asam klorida pekat yang sifatnya pekat dan korosif. Oleh sebab itu pada penelitian ini akan dikaji pengaruh perlakuan awal sekam padi baik dengan asam inorganik (HCl) maupun dengan asam organik (asam sitrat) terhadap sifat amorf silika dan kemurniannya.

Di samping itu kondisi pembakaran seperti temperatur, laju pemanasan, dan *holding time* akan sangat mempengaruhi karakteristik abu sekam padi yang dihasilkan. Pada proses thermal > 700°C, silika amorf yang terdapat di dalam sekam padi dapat mengalami transformasi menjadi silika kristalin, baik itu berupa quartz, kristobalit, atau tridimit (Chandrasekhar, 2003). Silika yang terdapat pada sampel yang mengalami perlakuan awal terlebih dahulu akan mengalami proses transformasi pada temperatur yang lebih tinggi serta menghasilkan silika dengan kemurnian yang jauh lebih tinggi (Chandrasekhar, 2003). Dalam penelitian ini akan dikaji pengaruh proses termal pada temperatur rendah (350°C), sedang (550°C), dan tinggi (750°C) terhadap karakteristik silika yang dihasilkan.

Melalui proses pengisolasian yang cukup sederhana ini, diharapkan mampu menghasilkan silika yang memiliki kemurnian yang tinggi dan dapat digunakan sebagai bahan baku silika *high grade* yang bernilai komersil tinggi. Dengan demikian nilai ekonomis sekam padi dapat ditingkatkan menghasilkan bahan baku industri silika berbasis sumber daya terbarukan.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Sekam padi (*rice husk/ rice hull*) atau kulit gabah adalah bagian terluar dari bulir padi dan memiliki kandungan silika terbanyak dibandingkan dengan hasil samping pengolahan padi lainnya seperti dapat dilihat di Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan silika dalam produk samping padi (Luh, 1991).

Komponen	Silika
Sekam	18,0-22,3 %
Dedak	0,2-0,3 %
Bekatul	0,6-1,1 %
Jerami	4,0-7,0 %

Secara umum penggunaan sekam di Indonesia masih terbatas yaitu sebagai media tanaman hias, pembakaran bata merah, alas ternak untuk unggas, kuda, sapi, kambing, dan kerbau. Di Indonesia dan Filipina, sekam padi juga dipakai dalam penetasan telur itik. Sebagai pupuk, sekam padi mempunyai nilai yang rendah karena kadar NPK-nya yang rendah. Tetapi penambahan abu sekam atau sekam ke dalam lahan memberikan pengaruh positif, terutama dalam penyerapan silika (Tangendjaja, 1991).

2.1.1 Komposisi Sekam Padi

Menurut Balitbang (2006), sekam padi memiliki komposisi sebagai berikut:

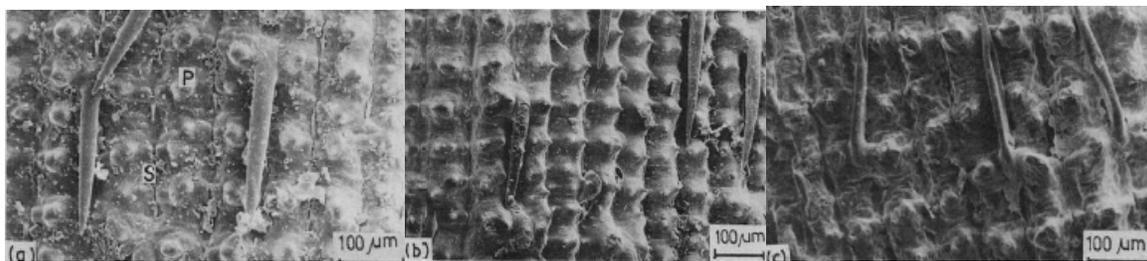
Tabel 2.2 Komposisi sekam padi beserta zat organiknya

Komponen	Kandungan (%)
Menurut Suharno (1979):	
Air	9,02
Protein kasar	3,03
Lemak	1,18
Serat Kasar	35,68
Abu	17,71
Karbohidrat kasar	33,71
Menurut DTC-ITB:	
Karbon (zat arang)	1,33
Hidrogen	1,54
Oksigen	33,64
Silika	16,98

2.1.2 Morfologi Sekam Padi

Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi kariopsis yang terdiri dari dua bentuk daun yaitu sekam kelopak dan sekam mahkota, dimana pada proses penggilingan padi, sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Sekam tersusun dari jaringan serat-serat selulosa yang mengandung banyak silika dalam bentuk serabut-serabut yang sangat keras. Pada keadaan normal, sekam berperan penting melindungi biji beras dari kerusakan yang disebabkan oleh serangan jamur secara tidak langsung, melindungi biji dan juga menjadi penghalang terhadap penyusupan jamur. Selain itu sekam juga dapat mencegah reaksi ketengikan karena dapat melindungi lapisan tipis yang kaya minyak terhadap kerusakan mekanis selama pemanenan, penggilingan dan pengangkutan.

Gambar 2.1 merupakan hasil analisis dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dari bagian luar epidermis dari sekam padi, sekam padi terbakar, dan abu putih sekam padi (Krishnarao, 1992). Struktur sekam padi dengan bulu halus pada bagian luar dapat dilihat pada Gambar 2.1(a) dimana butiran dalam jumlah besar tersebar di seluruh epidermis. Setelah pembakaran, sekam padi terlihat menyusut dan permukaannya menjadi lebih halus (Gambar 2.1(b)). Butiran kecil dan bulu pada bagian luar epidermis juga terlihat mengecil ukurannya. Pada abu putih sekam padi, walau sangat rapuh, tapi masih memiliki struktur aslinya (Gambar 2.1(c)). Butiran kecil yang terlihat pada Gambar 2.1(a) untuk sekam padi hampir menghilang sementara bulunya ditemukan retak.



Gambar 2.1 Analisis SEM untuk lapisan epidermis (a) sekam padi, (b) sekam yang terbakar, dan (c) abu putih sekam padi (Krishnarao, 1992)

2.1.3 Sifat Fisik Sekam Padi

Sekam padi sulit untuk dinyalakan dan tidak mudah terbakar dengan api di ruang terbuka kecuali udara ditiupkan kedalamnya. Sekam padi sangat tahan terhadap kelembaban dan dekomposisi jamur yang menyebabkan sekam padi sulit untuk terurai secara alami (Anonim, 2009).

Sekam padi memiliki masa jenis yang rendah yaitu 70-110 kg/m³, 145 kg/m³ ketika bergetar atau 180 kg/m³ dalam bentuk briket atau pellet (Anonim, 2009). Dengan demikian untuk penyimpanan dan transportasi, sekam padi membutuhkan volume besar, yang membuat transportasi jarak jauh menjadi tidak ekonomis. Ketika sekam padi dibakar kadar abu yang diperoleh adalah 17-26%, jauh lebih tinggi daripada bahan bakar lainnya (kayu 0,2-2%, batu bara 12,2%). Sekam padi memiliki nilai kalori tinggi rata-rata dari 3410 kkal / kg dan dapat digunakan sebagai salah satu sumber energi terbarukan (Anonim, 2009).

2.2 Silika

2.2.1 Silika pada Tanaman

Silika merupakan salah satu zat hara yang dibutuhkan oleh tanaman, terutama tanaman padi. Unsur Si (Silikon) dapat mendukung pertumbuhan padi yang sehat dan menghindarkan tanaman dari serangan penyakit, radiasi matahari, serta keracunan unsur hara. Silika merupakan unsur kedua terbesar di kerak bumi setelah oksigen dan sebagian besar Si terdapat di dalam tanah. Dengan demikian, semua jaringan perakaran tanaman dalam tanah mengandung Si. Tanaman akumulator Si membutuhkan unsur Si dalam jumlah banyak untuk pertumbuhannya. Tanaman akumulator Si terutama berasal dari famili *Gramineae* seperti padi, bambu, dan tebu serta tanaman tingkat rendah dari famili *Chlorophyta* seperti alga. Selain berfungsi untuk meningkatkan resistensi tanaman terhadap serangan hama dan penyakit, silika juga bermanfaat meningkatkan fotosintesis, meningkatkan daya tahan terhadap kekeringan, salinitas, alkalinitas, dan cuaca ekstrim (Husnain, 2010).

Silika merupakan material yang tersedia di alam dan secara kuantitatif memiliki jumlah yang melimpah. Silika berada di dalam tanah berbentuk silika larut air (H₄SiO₄). Tanaman menyerap silika, dipolimerisasi dan dipresipitasi menjadi bentuk silika amorf. Beberapa karbohidrat dan protein tanaman diketahui memiliki peran dalam polimerisasi biosilika menjadi bentuk silika amorf.

Silika terakumulasi dalam bentuk *phytolite* yang merupakan bentuk primer dari silika amorf (SiO₂ dengan 5-15% H₂O). Berbagai jenis tanaman baik dikotil maupun monokotil memproduksi *phytolite*. Jenis tanaman dikotil yang memproduksi *phytolite* diantaranya *Mytaceae*, *Causarinaceae*, *Proteaceae*, *Xantorhoeceae*, dan *Mimosceae*, jenis tanaman monokotil yang memproduksi *phytolite* adalah *Equisetaceae* dan *Gramineae*.

2.2.2 Jenis-Jenis dan Struktur pada Silika

2.2.2.1 Silikon, Silika, dan Silikat

Silikon (Si) merupakan salah satu unsur golongan IVA yang merupakan unsur logamoid atau semi logam. Silikon dapat berbentuk bubuk atau dalam bentuk kristal hitam keabu-abuan. Silikon tidak bereaksi dengan asam nitrat, asam klorida, dan asam sulfat, akan tetapi larut dalam asam hidroklorik yang membentuk gas dan silikon tetrafluorida (SiF_4). Pada temperatur tinggi silikon bersifat sebagai penghantar panas dan listrik yang baik, namun pada temperatur rendah silikon bersifat sebagai isolator panas dan listrik. Data fisik mengenai silikon dapat dilihat di Tabel 2.3 (Sunardi, 2006)

Tabel 2.3 Data fisik unsur silikon

Volume atom	12,1 cm ³ /mol
Titik didih	2630 K
Titik lebur	1683 K
Massa jenis	2,33 gram/cm ³
Kapasitas panas	0,7 J/g K
Konduktivitas kalor	148 W/mK

Silikon digunakan dalam industri baja sebagai campuran pokok baja silikon yang disebut sebagai duriron (mengandung 15% silikon) yang digunakan untuk mencegah korosi logam. Silikon juga digunakan sebagai campuran logam tembaga, kuningan, dan perunggu. Selain itu silikon juga digunakan sebagai bahan untuk membuat piranti semikonduktor untuk peralatan elektronik seperti untuk dioda dan transistor (Sunardi, 2006).

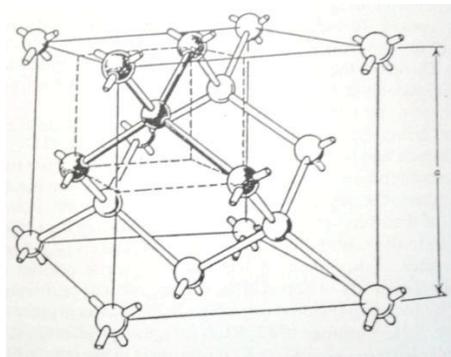
Silika atau silikon dioksida (SiO_2) adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka bentuk silika merupakan bentuk yang sangat umum ditemukan di alam. Silika banyak terdapat pada tumbuhan sebagai *Diatom* dan pada hewan sebagai *radiolarian*. Silika yang terakumulasi di dalam makhluk hidup, baik hewan atau tumbuhan memiliki bentuk amorf, berbeda dengan silika yang tidak berasal dari makhluk hidup seperti batuan dan debu yang memiliki struktur silika kristalin. Silikat sendiri merupakan bentuk mineral dari silika atau dengan kata lain senyawa silika yang bereaksi dengan unsur lain. Dari ikatan bangunnya dapat dibedakan menjadi Nesosilikat/ Silikat Pulau Tunggal (tetrahedron), Sorosilikat/ Silikat Pulau Ganda (dua ujung tetrahedron yang bertumpuk), Cyclosilikat/ Silikat cincin, Inosilikat/ Silikat Rantai Tunggal dan Rantai Ganda, Phyllosilikat/ Silikat Lembaran, dan

Tectosilikat/ Silikat Bingkai (Jones, 2000). Biasanya bentuk ikatannya adalah tetrahedron dan yang diikat adalah natrium, potassium, kalsium, magnesium, besi, dan aluminium.

2.2.2.2 Silika Kristalin

Silika kristalin memiliki banyak bentuk, bergantung dari orientasi dan posisi dari tetrahedron yang dibentuk meskipun memiliki struktur kimia yang sama. Fenomena ini dapat disebut sebagai *polymorphism* (Jones, 2000). Tiga bentuk umum silika kristalin adalah kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Pada tekanan atmosferik silika kuarsa terbentuk pada temperatur 870°C, tridimit terbentuk pada temperatur 870-1470°C, sementara kristobalit terbentuk pada 1470°C. Bentuk kristalin lainnya merupakan bentuk yang jarang dapat ditemui, contohnya adalah keatite, silika W, coesite, stishovite, and moganite. Struktur dari silika bergantung pada temperatur dan tekanan terbentuknya atau pada kasus tertentu kecepatan pendinginan sehingga padatan silika membentuk struktur yang berbeda.

Struktur sederhana dari silika kristalin dapat dilihat pada Gambar 2.2. Si adalah kristal berbentuk diamond yang terdiri dari empat atom yang diposisikan pada sudut bangun tetrahedron, yang berikatan secara kovalen dengan Si yang berada di pusat.

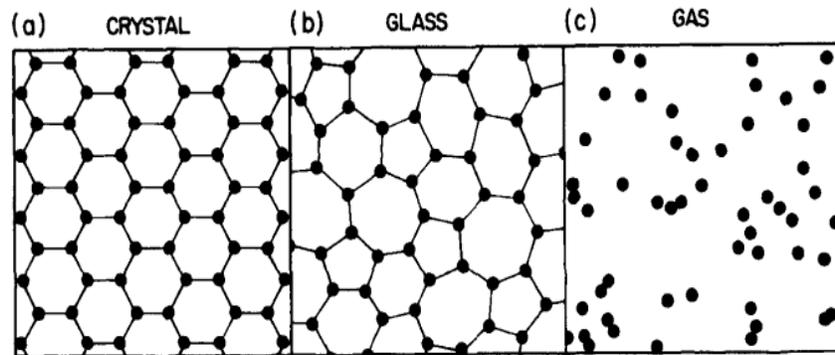


Gambar 2.2 Struktur kristalin dari sebuah kristal silika tunggal

Pada tahun 1987, agen dari WHO (*World Health Organization*) yaitu IARC (*International Agency for Research on Cancer*), mengevaluasi dan membuktikan bahwa silika kristalin bersifat karsinogen bagi manusia. Pada tahun 1996, IARC menegaskan silika kristalin dalam bentuk alpha-kuarsa yang terhirup dari sumbernya dapat menyebabkan kanker paru-paru bagi manusia. Sementara silika dengan bentuk non kristalin atau amorf tidak bersifat karsinogenik bagi manusia.

2.2.2.3 Silika amorf

Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan.



Gambar 2.3 Sketsa skema susunan atom dalam (a) padatan kristalin, (b) padatan amorf, dan (c) gas

Baik silika kristalin maupun non kristalin banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batuan, dan pasir. Kedua bentuk silika ini banyak dimanfaatkan dalam industri kaca, bangunan, dan elektronik. Akan tetapi karena silika kristalin bersifat karsinogenik bagi manusia maka penggunaannya sangat dibatasi. Oleh karena itu silika non kristalin lebih aman dan banyak digunakan dalam industri.

Silika amorf biasanya terdapat dalam makhluk hidup seperti diatom, radiolarian, silicoflagellata, dan beberapa sponges. Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorf memiliki struktur sferikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas $3 \text{ m}^2/\text{g}$ (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C . Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksinya dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorf sintetik diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang. Walaupun deposit

dari silika amorf alami dapat ditemukan di banyak area di dunia, akan tetapi eksploitasi komersial yang paling banyak digunakan untuk perindustrian adalah tanah diatom. Tanah diatom adalah sisa-sisa cangkang dari ganggang diatom yang telah mati dan hancur membentuk tanah. Tanah diatom dapat dimanfaatkan sebagai bahan peledak, campuran semen, bahan isolasi, dan lain-lain (Kirk-Othmer, 1984).

Silika amorf telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Tidak seperti silika kristalin, silika amorf tidak menyebabkan silikosis bahkan bagi para pekerja yang telah terpapar lama oleh silika amorf. Akan tetapi silika amorf yang terhirup selama 12 hingga 18 bulan dengan kadar 6,9-9,9 mg/m³ dapat menyebabkan gangguan pada alat pernapasan (Kirk-Othmer, 1984).

2.3 Metode Isolasi Silika

Sekam padi memiliki banyak senyawa organik dan inorganik yang cukup kompleks. Senyawa organik memiliki ikatan karbon dan hidrogen atau disebut pula sebagai hidrokarbon. Senyawa organik banyak terdapat di alam dan makhluk hidup sebagai karbohidrat, protein, lemak, asam amino, dan lain-lain. Senyawa inorganik tersusun oleh atom utama berupa logam, banyak dijumpai pada zat yang tak hidup seperti pada tanah, batu-batuan, air laut, dan sebagainya. Di dalam sekam padi terdapat senyawa-senyawa inorganik yang mengandung kalium, natrium, fosfor, dalam jumlah yang sedikit dan juga silika dalam jumlah yang lebih banyak. Untuk memperoleh silika murni, senyawa-senyawa organik dan inorganik selain silika harus dihilangkan baik secara thermal maupun non-thermal.

2.3.1 Metode Non Thermal

Isolasi silika dalam sekam padi dapat dilakukan secara non thermal, yaitu dengan menggunakan oksidator kuat seperti hidrogen peroksida atau asam kuat seperti asam sulfat. Hidrogen peroksida merupakan oksidator kuat yang bersifat reaktif dan mampu mengoksidasi bermacam-macam senyawa organik dan logam. Hidrogen peroksida dapat terdekomposisi secara eksotermal menjadi air dan oksigen secara spontan. Kecepatan reaksi hidrogen peroksida bergantung pada temperatur, konsentrasi dari hidrogen peroksida, dan juga keasaman (pH) (Kirk-Othmer, 1984). Asam sulfat (H₂SO₄) dapat melarutkan senyawa organik dan sebagian besar logam. Asam sulfat pekat memiliki kemampuan untuk mendehidrasi yang sangat kuat sehingga dapat memisahkan air dari senyawa termasuk gula dan karbohidrat lainnya dan

menghasilkan karbon, panas, uap, dan campuran asam sulfat-air. Karbon yang terbentuk oleh asam sulfat menyebabkan senyawa yang terdehidrasi olehnya menjadi berwarna coklat kehitaman. Metode non thermal sangat jarang dipergunakan karena proses penghilangan senyawa organik dan inorganik pengotor biasanya berlangsung relatif lama sehingga menjadi kurang ekonomis dibandingkan dengan metoda secara thermal.

2.3.1.1 Penghilangan Senyawa Inorganik

Namun demikian, proses non-thermal menggunakan asam dapat dilakukan sebagai perlakuan awal sekam padi yang akan sangat membantu menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Menurut Chakraverti (1988), zat-zat inorganik pengotor dalam sekam padi seperti mineral-mineral dalam jumlah yang sedikit dapat dihilangkan melalui perlakuan dengan asam menggunakan H_2SO_4 , HCl , atau HNO_3 . Senyawa-senyawa inorganik ini harus dihilangkan sebelum pembakaran dilakukan karena dapat menghambat pembentukan silika yang memiliki struktur amorf (Chandrasekhar, 2003; Umeda, 2008). Pengaruh perlakuan dengan beberapa jenis asam (Chakraverty, 1988) untuk menghilangkan bahan logam dari sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Perlakuan dengan asam H_2SO_4 , HCl , dan HNO_3 terbukti efektif untuk menghilangkan mineral yang terdapat dalam sekam padi. Jumlah total logam yang terkandung dalam larutan asam hasil hidrolisis dengan H_2SO_4 lebih rendah dibandingkan larutan asam hasil hidrolisis dengan HCl , dan HNO_3 . Hal ini menunjukkan bahwa H_2SO_4 tidak cocok untuk menghilangkan beberapa jenis logam yang terdapat dalam sekam padi. Hal ini dapat disebabkan logamik sulfat yang terbentuk tidak mudah larut dalam air. Perlakuan dengan HNO_3 cenderung menghilangkan besi (Fe) namun tidak dapat menghilangkan semua logam yang terkandung dalam sekam padi. Berdasarkan hasil uji perlakuan dengan berbagai macam asam di atas, perlakuan dengan HCl terbukti paling efektif menghilangkan logam dalam sekam padi (Chakraverty, 1988). H_2SO_4 , HCl , dan HNO_3 secara umum digunakan untuk menghilangkan logam dari sekam padi, akan tetapi zat-zat tersebut terbilang cukup berbahaya bagi lingkungan dan manusia.

Tabel 2.4 Kandungan logam dalam larutan asam setelah dilakukan hidrolisis

Perlakuan	Kandungan logam (ppm)								
	Na	K	Ca	Fe	Mg	Mn	Zn	Cu	Total
HCl 1N	5125	11750	7042	946	2562	1192	179	31	28827
HCl 3N	46	50	58	362	187	19	19	6	747
HCl 5N	33	33	46	262	146	7	19	6	552
HCl 11,3N	252	HD	25	146	125	3	19	6	349
H ₂ SO ₄ 1N	12	HD	8	129	125	3	17	6	300
H ₂ SO ₄ 4,5N	87	25	2500	233	729	25	102	12	3713
H ₂ SO ₄ 9N	92	25	2417	225	646	25	98	6	3534
H ₂ SO ₄ 18N	75	25	2500	229	625	19	85	6	3564
H ₂ SO ₄ 36N	75	50	2667	217	625	24	83	6	3747
HNO ₃ 4,5N	117	100	3333	221	437	171	98	6	4483
HNO ₃ 9N	17	25	19	500	83	19	17	8	688
HNO ₃ 18N	8	25	11	442	83	12	12	6	599

Penggunaan asam kuat juga membutuhkan biaya yang cukup tinggi untuk peralatan anti korosi, penggunaan air yang banyak untuk membilas sekam padi, dan perlakuan khusus untuk pembuangan limbah. Untuk menghindari hal tersebut, penggunaan asam organik, seperti asam sitrat yang lebih ramah lingkungan, tidak berbahaya bagi manusia, dan lebih ekonomis mulai dikaji (Umeda, 2008). Perbandingan kandungan logam dalam abu sekam padi yang dihasilkan tanpa perlakuan dengan asam, dengan perlakuan dengan asam sitrat, dan perlakuan dengan asam sulfat dapat dilihat pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Komposisi kimia dari sekam padi pada pembakaran 800°C dengan berbagai perlakuan

(wt%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₂	K ₂ O	CaO	MnO	Fe ₂ O ₃	BaO	Carbon
Without leaching	94.58	0.02	0.31	0.11	0.41	0.11	3.69	0.56	0.08	0.04	0.04	0.61
Citric acid leaching	99.14	0.03	0.08	0.06	0.29	0.03	0.12	0.16	0.01	0.03	0.03	0.09
Sulfuric acid leaching	99.09	0.01	0.06	0.07	0.31	0.05	0.11	0.37	0.01	0.02	0.03	0.12

Berdasarkan data di atas, pencucian dengan asam sitrat dapat dibilang efektif dan hasilnya hampir menyerupai pencucian dengan H₂SO₄. Pencucian dengan asam sitrat ini dapat mengurangi kadar K₂O sebanyak 1/30 abu sekam dan mengurangi kadar CaO sebesar kurang lebih 50% (Umeda, 2008).

2.3.1.2 Hidrolisis Senyawa Organik oleh Larutan Asam

Pada proses non-thermal berupa perlakuan awal sekam padi menggunakan larutan asam, tidak hanya terjadi penghilangan logam-logam pengotor saja, namun senyawa-senyawa organik seperti selulosa, hemiselulosa, dan lignin akan turut terhidrolisis. Hidrolisis adalah proses dekomposisi kimia dengan menggunakan pelarut untuk memecahkan ikatan kimia dari substansinya.

Suatu molekul tunggal selulosa merupakan polimer lurus dari 1,4'- β -D-glukosa. Hidrolisis lengkap dalam HCl 40% dalam air dapat menghasilkan D-glukosa. Disakarida yang terisolasi dari selulosa yang terhidrolisis sebagian adalah selobiosa yang dapat terhidrolisis lebih lanjut menjadi glukosa dengan katalis asam atau dengan emulsin enzim (Fessenden, 1986).

Hemiselulosa adalah polisakarida yang terdiri dari molekul-molekul monosakarida yang disatukan dengan ikatan glukosida. Hemiselulosa dapat terhidrolisis sempurna dalam larutan asam membentuk xilosa (50-70% w/w) dan arabinose (5-15% w/w) (Pessoa et. al., 1997).

Lignin terbentuk dari gugus aromatik yang saling dihubungkan dengan rantai alifatik yang terdiri dari 2-3 karbon. Lignin terdapat diantara sel-sel dan dalam dinding sel serta berfungsi sebagai perekat untuk mengikat sel-sel agar tetap bersama. Keberadaan lignin sangat erat hubungannya dengan selulosa yang berfungsi untuk memberi ketegaran pada sel dan mengurangi degradasi terhadap selulosa. Pada suasana asam, berat molekul lignin akan bertambah dan akan mengendap pada suasana yang sangat asam. Pada saat hidrolisa dilakukan, lignin akan terlarut sebagian di dalam asam (Oktaveni, 2009). Hidrolisis senyawa-senyawa organik ini akan sangat membantu proses penghilangan senyawa organik selanjutnya melalui proses thermal.

2.3.2 Metode Thermal/ Pembakaran

Abu yang dihasilkan dari hasil pembakaran sekam padi adalah sebesar ~20% dan lebih dari 90%-nya merupakan silika (Houston, 1972). Temperatur yang dikontrol dengan baik dan lingkungan yang sesuai saat pembakaran dapat menghasilkan kualitas abu sekam padi yang lebih baik karena ukuran partikel dan luas spesifik permukaannya dipengaruhi oleh kondisi pembakaran. Sekam padi yang terbakar sempurna akan berwarna abu hingga putih, sementara abu sekam padi yang tidak terbakar sempurna akan berwarna kehitaman (Chakraverty, 1988).

Harsono (2002) melakukan penelitian pembuatan silika amorf dengan melakukan pembakaran sekam padi dalam tangki. Menurutnya untuk mendapatkan silika yang reaktif temperatur pembakaran harus terkontrol. Pembuatan silika amorf ini dilakukan dengan terlebih dahulu melalui proses pengeringan yang bertujuan untuk mengeliminasi kandungan air dalam bahan dengan menguapkan air dalam dari permukaan bahan. Adanya sisa kandungan air dalam abu sekam padi dapat menghalangi proses difusi komponen kimia yang terkandung dalam sekam padi saat dipanaskan pada kemurnian sekam.

Pembakaran sekam padi di tempat terbuka tidak hanya menghasilkan kualitas abu yang buruk tetapi juga dilarang di banyak negara karena menyebabkan polusi. Pembakaran yang tidak terkontrol menghasilkan struktur yang kristalin yang memiliki tingkat kereaktifan rendah. Pembakaran dengan industrial tungku pembakaran sering kali dilakukan dalam industri demi kepentingan ekonomi. Pembakaran dalam industrial tungku pembakaran lebih mudah dikendalikan dan lebih mudah menghasilkan silika dalam bentuk yang amorf dengan kemurnian yang tinggi.

Chakraverty (1988) melakukan analisis terhadap sekam padi yang dipanaskan dalam tungku pembakaran yang sudah diatur temperatur pembakarannya untuk dibandingkan warna abu yang terbentuk. Hasil pembakaran sekam padi dalam tungku pembakaran dalam temperatur dan waktu tertentu beserta warna abu sekam padi yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 2.6.

Tabel 2.6 Temperatur pembakaran dan warna abu sekam padi

Combustion temperature (°C)	Approx. time (h)	Colour of ash
300	24	Black
	36	Brown
	48	Light brown (whitish)
350	24	Brown
	36	Light brown (whitish)
400	24	Brown
	30	Light brown (whitish)
450	16	Light brown (whitish)
500	5	Light brown (whitish)
600	3.5	Light brown (whitish)
700	1.5	Light brown (whitish)

Berdasarkan tabel di atas, semakin rendah temperatur pembakaran maka waktu yang diperlukan untuk menghasilkan abu sekam padi berwarna keputih-putihan menjadi lebih lama. Hal ini

dikarenakan pembakaran pada karbon dalam sekam padi pada temperatur yang rendah memiliki kecepatan pembakaran yang rendah (Chakraverty, 1988).

Pembakaran sekam padi yang didahului dengan hidrolisis menggunakan HCl menghasilkan warna abu sekam padi yang lebih putih (Chakraverty, 1988). Hal ini dikarenakan saat sekam padi direndam dalam HCl, kandungan logam dalam sekam padi yang sangat sedikit dapat larut sehingga sekam padi bebas dari senyawa logam. Selain itu dengan hidrolisis, selulosa dalam sekam padi dipotong menjadi rantai-rantai yang lebih kecil dan membentuk D-glukosa. Hemiselulosa dalam sekam padi dapat dihidrolisis menjadi gula pentosa dan heksosa.

Menurut Umeda dan Kondoh (2008), pembakaran sekam padi yang didahului dengan perlakuan dengan asam sitrat dengan konsentrasi 5% terbukti dapat menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi dan bersifat amorf walau dibakar hingga temperatur 1000°C.

2.4 Karakterisasi silika

2.4.1 Analisis Morfologi

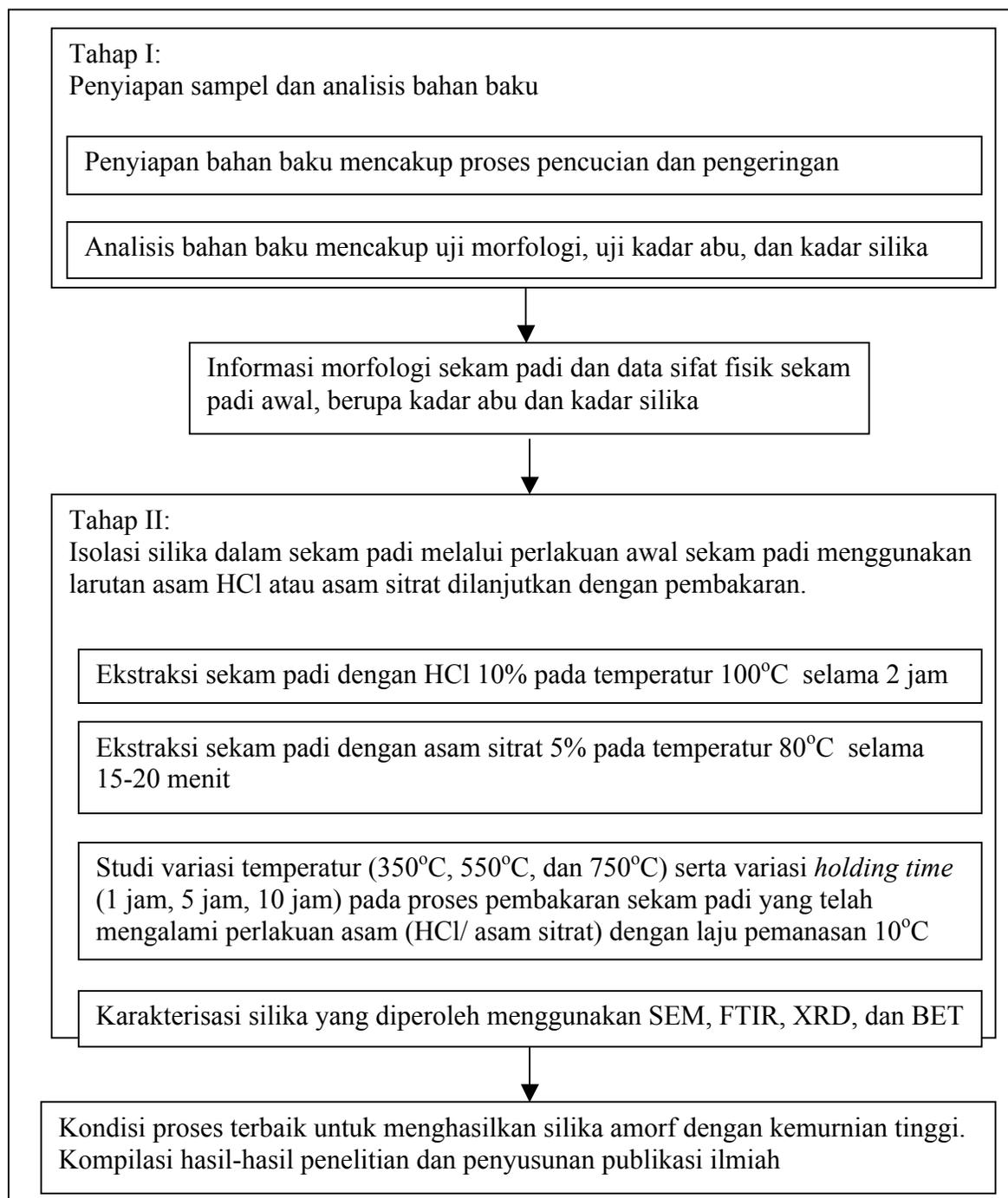
Silika pada tumbuhan pada umumnya terdapat pada dinding sel tumbuhan berupa barisan silika seperti kristal yang saling berdekatan. Ukuran dari kristal silika yang berada pada dinding sel adalah 20 µm. Silikon diserap melalui akar dari tanah dan sebagian besar disimpan dalam dinding sel, namun ada juga yang berada pada sel lumina. Golongan *graminae* seperti padi, jagung, gandum dan tebu, merupakan contoh kelompok tanaman yang memiliki kandungan silika yang banyak baik di dinding sel dan sel lumina (Evert, 2006). Struktur silika akan turut mempengaruhi sifat-sifat fisis dan kimia. Uji morfologi dapat dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik atau mikroskop elektron/ SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

2.4.2 Analisis Karakteristik Silika

Jenis silika seperti silika amorf atau kristalin dapat ditentukan menggunakan uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*) melalui pengujian gugus fungsional silika dan XRD (*X-ray Diffraction*) melalui pengujian struktur kristal silika. Kemurnian silika juga dapat dianalisis secara kualitatif melalui uji FTIR dan XRD. Analisis mengenai luas permukaan spesifik partikel silika yang dihasilkan dapat dilakukan dengan menggunakan BET (*Brunauer, Emmet, Teller*) *surface area analyser*.

BAB III. METODE PENELITIAN

Metode penelitian yang akan dilaksanakan selama jangka waktu 6 bulan (Juli – Desember 2012) secara keseluruhan digambarkan dalam bentuk diagram sederhana pada Gambar 3. 1.



Gambar 3.1 Bagan Metode Penelitian Proses Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi

Penjelasan lebih lanjut mengenai bagan/ diagram penelitian pada Gambar 3.1 adalah sebagai berikut:

Tahap I

Tahap I penelitian lebih difokuskan pada tahap penyiapan sampel yang mencakup proses pencucian dan pengeringan. Pengeringan dilakukan dengan melakukan penjemuran di bawah matahari hingga kering. Setelah itu dilanjutkan dengan penentuan kadar abu dan kadar silika dari sekam padi serta uji morfologi sekam padi.

Luaran yang diharapkan pada tahap ini:

- Didapatkan bahan baku yang sudah siap untuk perlakuan selanjutnya.
- Didapat data-data mengenai kandungan abu dan silika yang terdapat di dalam sekam padi. Selain itu morfologi sekam padi yang diperoleh akan digunakan sebagai kontrol terhadap morfologi sekam padi setelah mengalami perlakuan asam atau perlakuan thermal.

Tahap II

Tahap II merupakan tahap penelitian utama, yaitu proses pengisolasian silika dari sekam padi melalui perlakuan awal dengan asam dilanjutkan dengan perlakuan thermal/ pembakaran.

Pada tahap penelitian ini akan dilakukan:

- Studi pengaruh perlakuan awal sekam padi dengan menggunakan larutan asam (HCl atau asam sitrat) terhadap kemurnian dan karakteristik silika yang dihasilkan dibandingkan dengan sampel tanpa perlakuan awal.
- Studi pengaruh variasi kondisi pembakaran sekam padi (temperatur dan *holding time*) terhadap karakteristik silika yang dihasilkan.

Luaran yang diharapkan pada tahap ini:

Didapatkan kondisi proses terbaik berupa jenis asam yang digunakan pada perlakuan awal serta waktu dan temperatur yang digunakan selama proses pembakaran yang dapat menghasilkan silika amorf dengan kadar kemurnian yang tinggi.

Indikator capaian untuk penelitian ini:

- Didapatkan pengaruh yang cukup signifikan terhadap karakteristik dan kemurnian silika yang dihasilkan melalui perlakuan asam menggunakan asam HCl atau asam sitrat.
- Didapatkan kondisi proses pembakaran yang untuk dapat menghasilkan silika dengan kemurnian tinggi, memiliki struktur amorf, dan memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi.
- Telah disusun *draft* publikasi untuk minimal 2 artikel dalam jurnal nasional terakreditasi atau jurnal internasional.

BAB IV. JADWAL PELAKSANAAN

No	Kegiatan	Juli		Agustus				September				Oktober				November				Desember				
		3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	
1	Peminjaman alat dan persiapan penelitian																							
3	Penelitian utama dan karakterisasi silika																							
4	Pengolahan data dan analisis																							
5	Penyelesaian laporan penelitian dan penulisan makalah ilmiah																							

BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Penentuan Kadar Abu Sekam Padi dan Silika

Efek yang ditimbulkan dari kombinasi temperatur pembakaran dan waktu pembakaran (*holding time*) terhadap warna abu yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 5.1. Pembakaran dilakukan pada temperatur rendah ($< 800^{\circ}\text{C}$) untuk mencegah terjadinya transformasi silika yang berstruktur amorf menjadi kristalin. Ketika sekam padi diberi perlakuan dengan asam, senyawa pengotor inorganik dalam sekam padi dapat dihilangkan. Di samping itu sebagian besar senyawa organik seperti hemiselulosa dan sedikit selulosa dapat direduksi. Menurut Krishnarao (2001), senyawa pengotor inorganik dalam sekam padi mempercepat fiksasi karbon dalam abu sekam padi. Ion pengotor inorganik dalam sekam padi menyebabkan pelelehan pada permukaan dan mempercepat kristalisasi dari silika amorf membentuk silika kristobalit (Nakata, 1989).

Tabel 5.1 Efek perlakuan awal dengan HCl dan asam sitrat dengan variasi temperatur dan waktu pembakaran dengan laju pembakaran $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ terhadap warna abu sekam padi.

Temperatur pembakaran ($^{\circ}\text{C}$)	350			550			750		
	1	5	10	1	5	10	1	5	10
Tanpa perlakuan	TP3501	TP3505	TP35010	TP5501	TP5505	TP55010	TP7501	TP7505	TP75010
	Hitam	Coklat kehitaman	Coklat kehitaman	Putih cokelat keabuan	Putih cokelat keabuan	Putih cokelat keabuan	Putih keabuan	Putih keabuan	Putih keabuan
Perlakuan awal HCl	AK3501	AK3505	AK35010	AK5501	AK5505	AK55010	AK7501	AK7505	AK75010
	Hitam	Hitam	Hitam	Hitam, cokelat, abu	Putih berbercak hitam	Putih berbercak hitam	Putih	Putih	Putih
Perlakuan awal Asam sitrat	AS3501	AS3505	AS35010	AS5501	AS5505	AS55010	AS7501	AS7505	AS75010
	Hitam	Hitam	Hitam	Hitam, cokelat, abu	Putih berbercak hitam	Putih berbercak hitam	Putih	Putih	Putih

Keterangan: kode sampel dinyatakan sebagai sampel<Temperatur><waktu pembakaran>. Sampel TP, AK, AS masing-masing menunjukkan sampel tanpa perlakuan, sampel dengan perlakuan asam klorida, dan sampel dengan perlakuan asam sitrat.

Pada temperatur pembakaran 350°C, abu sekam padi yang dihasilkan tetap berwarna hitam walaupun pembakaran dipertahankan hingga 10 jam. Hal ini dikarenakan ketika sekam padi dipanaskan dari temperatur ruang ke temperatur 350°C bahan-bahan organik seperti selulosa, lignin, dan lain-lain terdekomposisi membentuk karbon yang ditandai dengan munculnya warna hitam pada abu sekam padi (Krishnarao, 2001 dan Onggo, 1988).

Pada TP5501, TP 5505, dan TP55010 abu sekam padi berwarna keputihan. Namun untuk sampel yang telah diberi perlakuan awal asam klorida dan asam sitrat, abu sekam padi baru berwarna keputihan setelah dipanaskan diatas 5 jam (AK5505, AK55010, AS5505, AS55010). Hal ini dikarenakan elemen-elemen pengotor dalam sekam padi dapat mempercepat reaksi pembakaran arang menjadi abu. Dengan dilakukannya perlakuan awal dengan asam klorida, elemen pengotor dalam sekam padi dapat dihilangkan, sehingga reaksi pembakaran berlangsung lebih lambat.

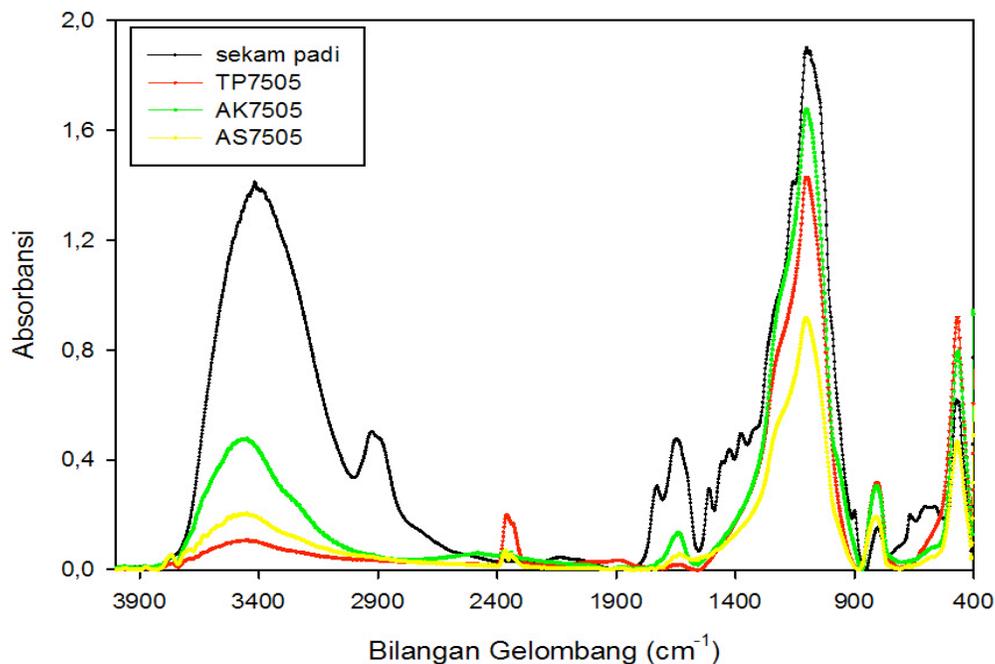
AK/AS 7501, AK/AS 7505, dan AK/AS 75010 berwarna lebih putih dibandingkan dengan TP7501, TP7505, dan TP75010. Ion - ion pengotor yang masih terdapat pada abu sekam padi mengikat sisa karbon dalam abu sekam padi sehingga karbon tidak dapat bersentuhan langsung dengan udara sehingga karbon tidak dapat teroksidasi (Krishanaro, 2001). Hal inilah yang menyebabkan abu sekam padi yang diperoleh tanpa perlakuan awal memberi warna yang lebih kusam dibandingkan abu sekam padi yang diperoleh dengan perlakuan awal. Dengan dilakukannya perlakuan awal dengan asam klorida atau asam sitrat, keberadaan ion-ion inorganik pengotor dapat dikurangi sehingga karbon lebih mudah teroksidasi membentuk abu yang berwarna lebih putih. Abu yang berwarna putih menunjukkan adanya kandungan silika yang tinggi (Onggo, 1988).

Kadar abu ditentukan pada temperatur 750°C selama 5 jam karena pada temperatur ini dihasilkan abu yang berwarna putih yang telah dimurnikan dari senyawa organik pengotornya. Penentuan kadar abu dilakukan sebanyak 2 kali untuk menghasilkan perhitungan yang tepat. Berdasarkan perhitungan kadar abu pada sekam padi yang diperoleh adalah sebesar 22,1%.

Penentuan kadar silika diperoleh pada hasil pembakaran sampel yang telah mengalami perlakuan asam pada temperatur 750°C selama 5 jam. Kadar silika murni yang diperoleh melalui pembakaran sekam padi yang telah mengalami perlakuan awal asam klorida dan asam sitrat pada penelitian ini adalah berturut-turut sebesar 19,5% dan 19,3% .

5.2 Analisis FTIR

Gugus-gugus organik dalam sekam padi dapat dilihat pada Gambar 5.1. Pada sekam padi terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1082 cm^{-1} , 893 cm^{-1} , dan 457 cm^{-1} (Umeda, 2008 dan Yusmaniar, 2007) serta gugus-OH pada bilangan gelombang 3381 cm^{-1} dan 1625 cm^{-1} (Yusmaniar, 2007). Selain itu dalam sekam padi juga terdapat gugus C=O dari hemiselulosa dan lignin pada bilangan gelombang 1714 cm^{-1} (Chuai et al., 2001 dan Khali et al., 2001), selulosa pada bilangan gelombang 1359 cm^{-1} dan 900 cm^{-1} (Liu, 2006), serta kemungkinan keberadaan gugus-gugus organik lainnya pada bilangan gelombang 1406 cm^{-1} , 1502 cm^{-1} , 2906 cm^{-1} , dan 2864 cm^{-1} .



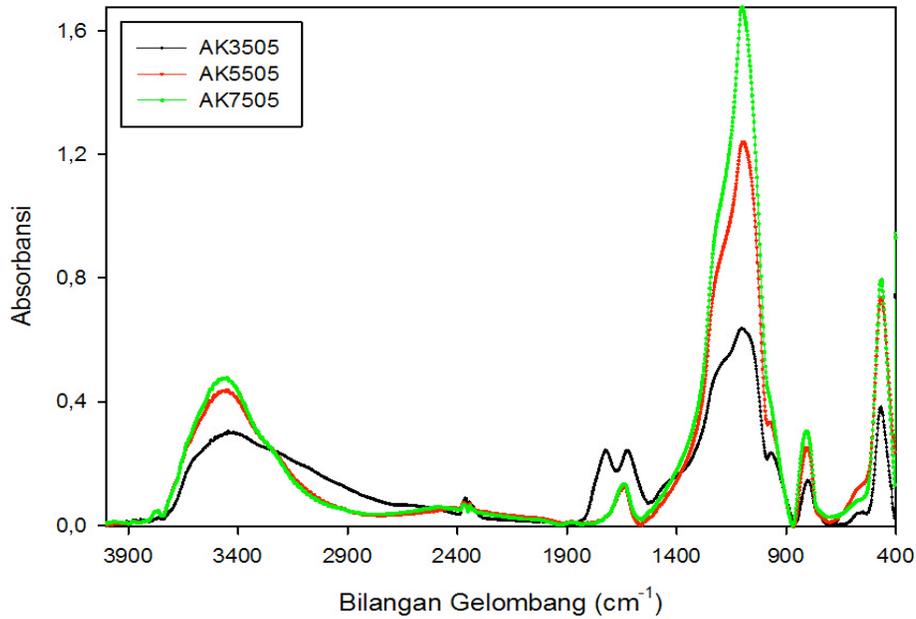
Gambar 5.1 Spektra FTIR sekam padi, abu sekam padi TP7505, silika AK7505, dan silika AS7505

Pada sampel TP7505, AK7505, dan AS7505, gugus-gugus fungsional yang berasal dari senyawa-senyawa organik sudah tidak tampak lagi. Hal ini menunjukkan bahwa pada proses pengabuan pada temperatur 550°C dan 750°C cukup efektif dalam penghilangan senyawa-senyawa organik. Pada temperatur 750°C hampir semua senyawa organik telah teroksidasi yang ditunjang oleh hasil pengamatan visual abu yang berwarna putih. Spektra sampel abu (TP) dan silika (AK dan AS) menunjukkan *fingerprint* silika yang ditunjukkan oleh bilangan gelombang

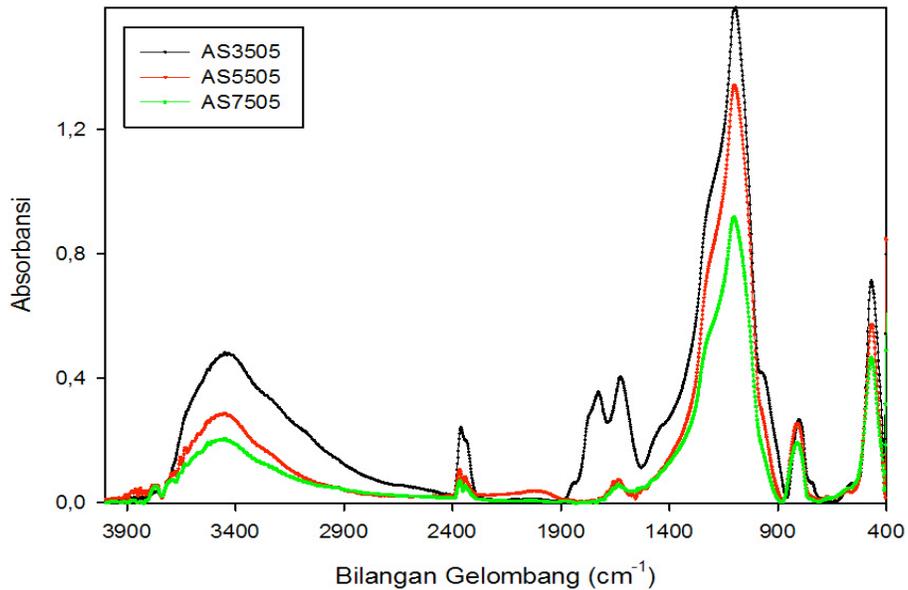
1082 cm^{-1} , 893 cm^{-1} , dan 457 cm^{-1} (Umeda, 2008 dan Yusmaniar, 2007). Di samping itu silika yang diperoleh dari sekam padi ini bersifat hydrous, yang ditunjukkan oleh adanya gugus -OH pada rentang bilangan gelombang 3700-3200 cm^{-1} serta H-O-H yang teradsorpsi pada ~ 1630 cm^{-1} (Socrates, 2001). Pada AK7505 tampak suatu *shoulder* pada bilangan gelombang 956 cm^{-1} yang mengindikasikan gugus silanol (Socrates, 2001). Gugus silanol yang terdapat pada AK7505 dapat meningkatkan kereaktifan silika sehingga dianggap lebih baik dibandingkan TP7505 dan AS7505.

Spektra FTIR untuk silika yang diperoleh melalui pembakaran sekam padi pada temperatur 350°C, 550°C, dan 750°C yang terlebih dahulu mengalami perlakuan awal asam klorida (AK) dan asam sitrat (AS) masing-masing dapat dilihat pada Gambar 5.2 dan Gambar 5.3. Hampir tidak ada perbedaan yang signifikan antar spektra AK dan AS yang mengalami perlakuan pada temperatur yang sama. Terlebih lagi, spektra AK dan AS yang diperoleh pada temperatur 550°C dan 750°C juga tampak sangat identik (Gambar 5.2 vs. Gambar 5.3). Spektra yang diperoleh pada temperatur 350°C juga menunjukkan keberadaan gugus-gugus fungsional silika seperti yang tampak pada sampel yang diperoleh pada 550°C dan 750°C. Namun, pada temperatur 350°C, masih terdapat gugus C=O pada bilangan gelombang 1701 cm^{-1} dan gugus C=C pada bilangan gelombang 1600 cm^{-1} (Narayanan, 2012) yang menandakan masih adanya senyawa karbon yang tidak tampak pada sampel AK/AS 5505 dan AK/AS 7505. Hal ini dikarenakan sumber C=O yaitu hemiselulosa dan lignin sudah mulai terbakar pada temperatur 550°C dan mulai habis terbakar pada temperatur 750°C yang ditunjukkan dari warna abu yang lebih putih (Tabel 5.1).

Analisa FTIR untuk abu sekam padi serta silika yang diperoleh dengan variasi waktu pembakaran (1 jam, 5 jam, dan 10 jam) pada setiap temperatur baik 350°C, 550°C, dan 750°C tidak menunjukkan perbedaan spektrum FTIR yang signifikan (data tidak ditunjukkan). Hal ini menunjukkan bahwa variasi waktu pembakaran pada temperatur yang sama tidak memberi pengaruh yang signifikan terhadap perubahan komponen penyusun abu sekam padi. Meskipun demikian, lamanya pembakaran akan mengakibatkan perubahan molekular yang kemungkinan besar turut mempengaruhi struktur dan karakteristik pori abu atau silika yang dihasilkan.



Gambar 5.2 Spektra FTIR silika dari sekam padi AK3505, AK5505, dan AK7505



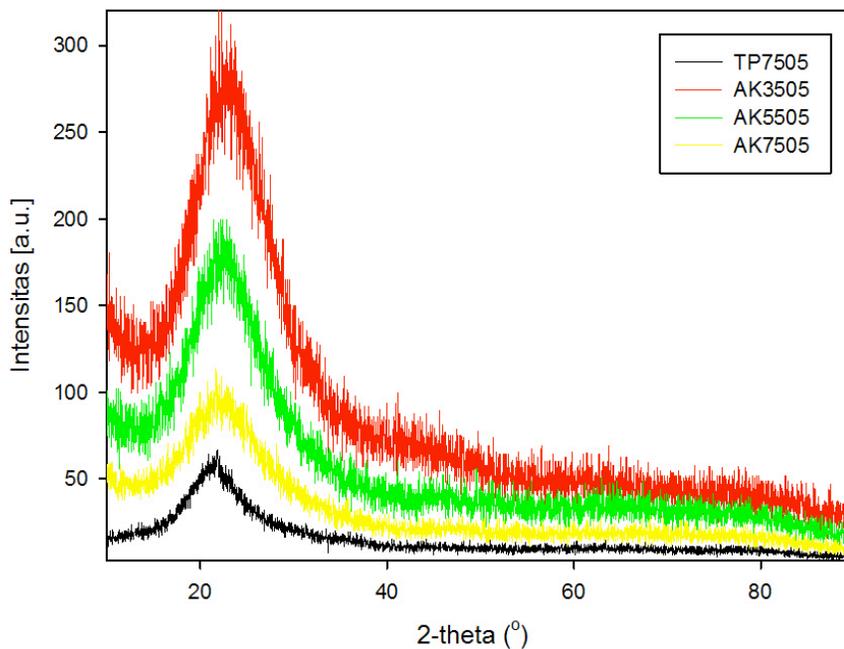
Gambar 5.3 Spektra FTIR silika dari sekam padi AS3505, AS5505, dan AS7505

5.3 Penentuan Sifat Amorf Abu Sekam Padi

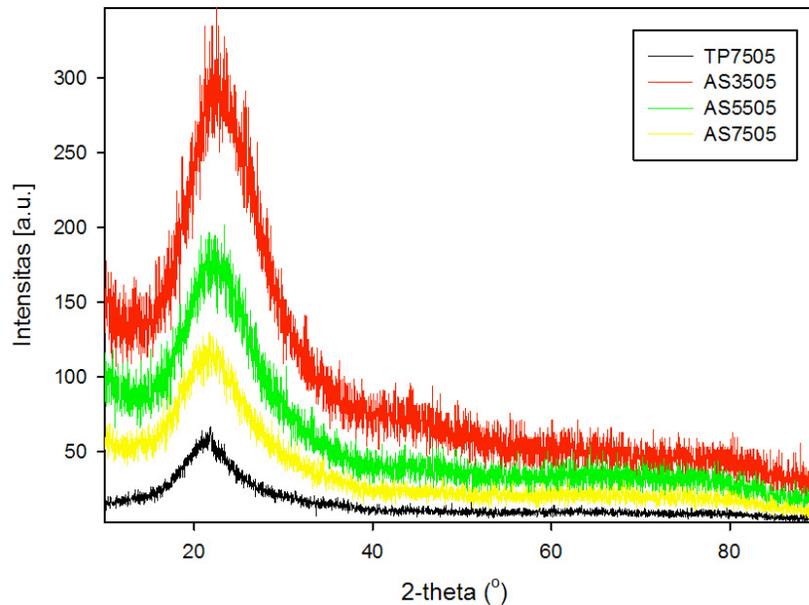
Sifat amorf abu sekam padi dan silika dianalisa menggunakan XRD. Sampel abu silika hasil perlakuan asam klorida (AK3505, AK5505, dan AK7505) memiliki pola difraksi yang sangat

identik dengan sampel abu silika hasil perlakuan asam sitrat (AS3505, AS5505, dan AS7505) yang menunjukkan bukit (*hump*) pada 2-theta $\sim 22^\circ$ (Gambar 5.4 vs. Gambar 5.5). Bukit yang landai ini menunjukkan bahwa pada sekam padi yang diberi perlakuan awal dengan asam klorida/ asam sitrat dan dibakar pada temperatur 350°C, 550°C, dan 750°C memiliki struktur padatan amorf (Krishnarao, 1992). Tidak terjadi perubahan struktur amorf silika pada proses pembakaran hingga 750°C.

Abu sekam padi yang diperoleh tanpa perlakuan awal asam membentuk bukit yang lebih tajam dibandingkan sampel yang diberi perlakuan awal baik menggunakan asam klorida maupun asam sitrat (TP7505 vs. AK7505 pada Gambar 5.4; TP7505 vs. AS7505 pada Gambar 5.5). Hal ini menunjukkan bahwa susunan atom di dalam abu sekam padi (TP7505) menjadi lebih teratur dengan peningkatan temperatur dan sedang berada dalam proses perubahan struktur amorf menjadi kristalin. Sedangkan pada sampel AK7505 dan AS7505, silika masih memiliki struktur amorf pada temperatur 750°C. Hal ini mengindikasikan bahwa pengotor inorganik lain dalam abu sekam padi mengkatalisis terjadinya transformasi silika menjadi kristalin (Umeda, 2008). Hasil analisa XRD ini menunjukkan bahwa perlakuan awal dengan asam klorida dan asam sitrat dapat mempertahankan struktur amorf pada silika walau dibakar pada temperatur 750°C.



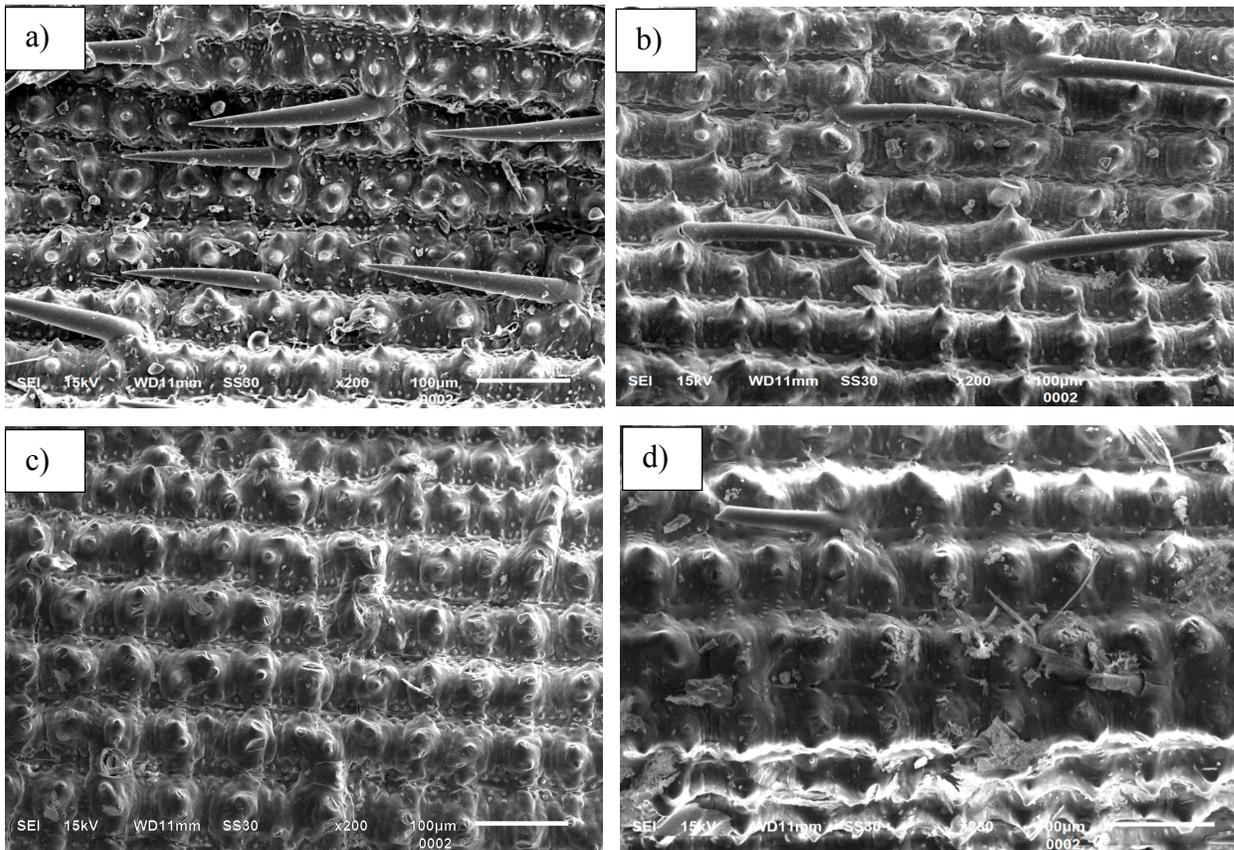
Gambar 5.4 Analisis XRD untuk TP7505, AK3505, AK5505, dan AK7505



Gambar 5.5 Analisis XRD untuk TP7505, AS3505, AS5505, dan AS7505

5.4 Morfologi Abu Sekam Padi

Morfologi silika yang terdapat dalam abu hasil pembakaran diamati menggunakan SEM. Hasil pengamatan morfologi abu yang diperoleh baik tanpa dan dengan perlakuan awal asam dibandingkan dengan morfologi awal sekam padi yang dapat dilihat pada Gambar 5.6. Dapat dilihat dari gambar di atas bahwa morfologi sekam padi dengan tonjolan dan rambut – rambut halus (trikoma) masih dapat terlihat dengan jelas pada sampel abu baik yang mengalami perlakuan awal asam (AK7505 dan AS7505) maupun tanpa perlakuan awal (TP7505). Hal ini menunjukkan bahwa silika terdeposisi pada bagian epidermis luar sekam padi. Pada TP7505, rambut - rambut halus sekam padi belum dapat dihilangkan dan nampak mengecil walau sudah dibakar pada temperatur 750°C. Tonjolan pada epidermis luar TP7505 terlihat melunak namun belum hancur. Pada sampel AK 7505 dan AS7505, tonjolan pada epidermis luar pun terlihat lebih rapuh. Selain itu, rambut-rambut halus telah menghilang pada sampel AK7505 dan pada sampel AS7505, rambut-rambut halus masih tampak sedikit. Hal ini mengindikasikan bahwa rambut-rambut tersebut kemungkinan besar tersusun atas senyawa-senyawa inorganik lain selain silika.



Gambar 5.6 Morfologi epidermis luar berdasarkan analisa SEM pada a) Sekam padi, b) Abu sekam padi TP7505, c) silika AK7505, dan d) silika AS7505

5.5 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Abu Sekam Padi

Luas permukaan spesifik abu sekam padi dan silika hasil perlakuan awal menggunakan asam klorida (AK) dan asam sitrat (AS) ditentukan dengan *surface area analyser* (SAA) menggunakan rumus *Brunauer-Emmet-Teller* (BET). Hasil analisis luas permukaan spesifik abu sekam padi pada temperatur rendah (350°C) dan temperatur tinggi (750°C) disajikan pada Tabel 5.2.

Pada temperatur rendah (350°C), silika yang diperoleh melalui perlakuan awal asam sitrat (AS3505) memiliki luas permukaan yang cukup tinggi, yaitu $\sim 175 \text{ m}^2/\text{g}$ dibandingkan dengan silika yang diperoleh melalui perlakuan awal asam klorida (AK3505), yang memiliki luas $\sim 105 \text{ m}^2/\text{g}$. Sedangkan pada temperatur tinggi (750°C), silika hasil perlakuan awal asam klorida (AK7505) memiliki luas permukaan yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan silika hasil perlakuan asam sitrat (AS7505), yaitu $\sim 311 \text{ m}^2/\text{g}$ vs. $254 \text{ m}^2/\text{g}$. Pada temperatur 350°C,

senyawa-senyawa organik belum seluruhnya terbakar. Hal ini ditunjukkan oleh warna abu yang masih hitam (Tabel 5.1) serta terdapatnya gugus karbon berdasarkan hasil analisa FTIR. Perlakuan awal menggunakan asam sitrat kemungkinan besar lebih berpengaruh terhadap pembentukan pori karbon saat pembakaran pada suhu rendah dibandingkan perlakuan menggunakan asam klorida. Sedangkan pada suhu tinggi (750°C), hampir seluruh senyawa organik terbakar sempurna ditandai dengan warna putih pada abu silika baik yang diperoleh melalui perlakuan asam klorida maupun asam sitrat. Namun, abu silika hasil perlakuan asam klorida memiliki luas yang lebih tinggi dibandingkan hasil perlakuan asam sitrat (AK7505 vs. AS7505) yang kemungkinan besar disebabkan oleh lebih tingginya daya ekstraksi asam klorida terhadap pengotor-pengotor inorganik lainnya dibandingkan dengan asam sitrat, meskipun hal ini sulit diamati melalui warna, analisa FTIR, dan XRD (Tabel 1, Gambar 5.1-Gambar 5.5). Namun dari hasil analisa SEM (Gambar 5.6) tampak bahwa epidermis silika dengan perlakuan awal asam sitrat masih memiliki sedikit rambut-rambut halus (trikoma) yang sama sekali tidak tampak pada epidermis silika dengan perlakuan awal asam klorida. Dengan demikian trikoma ini kemungkinan besar terdiri atas senyawa inorganik lainnya selain silika. Keberadaan logam-logam pengotor dalam sekam padi dapat menyumbat pori-pori abu sekam padi saat dibakar ion-karena tidak teroksidasi saat pembakaran.

Tabel 5.2 Hasil analisis luas permukaan spesifik abu sekam padi

Kode Sampel	Luas Permukaan Spesifik BET (m ² /g)
TP3505	127,756
AK3505	104,06
AS3505	175,334
TP7505	56,475
AK7505	311,6
AS7505	254,07

Luas permukaan abu pada temperatur rendah (TP3505) adalah sekitar dua kali lipat luas permukaan abu yang diperoleh pada temperatur tinggi (TP7505). Luas permukaan yang cukup tinggi pada temperatur rendah kemungkinan besar berasal dari pori-pori karbon yang terbentuk dan belum teroksidasi. Dengan demikian abu karbon ini memiliki nilai tambah dibandingkan sekam padi yang dapat dimanfaatkan dalam proses pemurnian/adsorben, di samping mampu

menanggulangi limbah sekam padi yang berdampak buruk pada lingkungan. Pada temperatur tinggi, luas permukaan spesifik abu menurun hingga $\sim 55 \text{ m}^2/\text{g}$. Hal ini terutama disebabkan oleh keberadaan logam kalium yang dapat bereaksi secara eutektik terhadap silika yang terdapat didalam sekam padi sehingga menurunkan titik leleh dari silika dan mempercepat perubahan struktur silika menjadi kristalin (Umeda, 2009). Hal ini diperkuat pula oleh hasil XRD (Gambar 5.4 dan Gambar 5.5), di mana TP7505 menunjukkan hump yang lebih tajam dibandingkan dengan sampel AK7505 dan AS7505. Hal ini mengindikasikan terjadinya proses transisi silika amorf menjadi silika kristalin dengan adanya keberadaan logam-logam pengotor inorganik lainnya.

Perlakuan awal sekam padi menggunakan asam terbukti mampu meningkatkan luas permukaan spesifik abu secara signifikan. Luas permukaan spesifik AK7505 dan AS7505 masing-masing adalah hampir 6x lipat dan 5x lipat luas permukaan spesifik TP7505. Asam klorida cukup efektif dalam melucuti (*leach out*) logam-logam pengotor inorganik selain silika dalam sekam padi (Chandrasekhar, 2003). Pada penggunaan asam sitrat, pengotor – pengotor, terutama logam kalium dan natrium yang berada dalam bentuk oksidanya (K_2O dan Na_2O) diikat melalui *chelate reaction* (Umeda, 2009). Di samping itu, baik asam klorida maupun asam sitrat mampu menghidrolisis polisakarida (Sapei, 2008; Umeda, 2010) sehingga mampu meningkatkan luas permukaan pori. Dengan hilangnya pengotor – pengotor logam, maka tidak terjadi reaksi yang dapat menyebabkan tertutupnya pori permukaan akibat pembentukan senyawa silikat yang dapat menurunkan luas permukaan. Luas permukaan spesifik silika AK7505 dan AS7505 tergolong tinggi karena luas permukaannya berada diantara $200\text{-}500 \text{ m}^2/\text{g}$ (Lubis, 2009).

BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Yield abu dan silika dalam sekam padi yang diperoleh dalam penelitian ini berturut-turut sebesar 22,1% dan 19,3-19,5%. Silika terdeposisi pada bagian epidermis luar sekam padi selain rambut-rambut halus (trikoma) berdasarkan hasil SEM. Perlakuan awal sekam padi baik menggunakan asam klorida dan asam sitrat terbukti cukup efektif dalam menghasilkan silika dengan kemurnian yang cukup tinggi setelah dibakar pada 750°C. Hal ini dibuktikan dengan karakteristik abu silika yang berwarna putih yang diperkuat dengan sedikitnya jumlah *peak* pengotor pada abu silika hasil pembakaran berdasarkan analisa FTIR dan XRD. Selain itu, silika yang dihasilkan pada temperatur pembakaran 750°C dengan perlakuan awal asam masih bersifat amorf, yang dibuktikan pada analisa XRD. Luas permukaan spesifik silika hasil perlakuan asam klorida dan asam sitrat yang diperoleh pada temperatur 750°C dan *holding time* 5 jam adalah masing-masing sebesar ~311 m²/g dan ~254 cm²/g sehingga sangat berpotensi untuk dimanfaatkan lebih lanjut sebagai adsorben atau penyokong katalis. Asam sitrat sebagai asam organik memiliki efektivitas yang sebanding dengan asam klorida dalam produksi *high-grade* silika dengan kemurnian dan luas permukaan yang relatif tinggi. Dengan demikian, asam sitrat diharapkan mampu mensubstitusi penggunaan asam konvensional seperti HCl karena sifatnya yang tidak korosif dan ramah lingkungan.

6.2 Saran

Pada penelitian ini masih diperlukan pengujian kandungan elemen-elemen yang terdapat dalam sekam padi serta abu hasil pembakaran baik menggunakan ICP Plasma atau *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kemurnian silika hasil perlakuan asam serta hasil perlakuan thermal secara kuantitatif. Di samping itu proses optimasi baik pada proses perlakuan asam (non-thermal) maupun pada proses thermal (pembakaran) masih perlu dilakukan untuk memperoleh silika dengan karakteristik yang diharapkan menggunakan proses yang hemat energi serta ramah lingkungan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonim A, 2006, Material Safety Data Sheet Crystalline Silica in The Form of Quartz, The Rot Doctor: United States.
2. Anonim B, 2006, MSDS - Material Safety Data Sheet, U.S Silica Company.
3. Anonim, 2009, Rice Knowledge Bank, International Rice Research Institute. Available from: <http://www.knowledgebank.irri.org/rkb/index.php/rice-milling/byproducts-and-their-utilization/rice-husk>. Diakses tanggal 24 Maret 2012.
4. Anonim, 2012, FAOSTAT, 'Food and Agricultural commodities production'. Available from: <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>. Diakses tanggal 21 April 2012.
5. Anonim, Badan Pusat Statistik, Agustus 2011, 'Perkembangan Beberapa Indikator Utama Sosial-Ekonomi Indonesia'. Available from: www.bps.go.id. Diakses tanggal 21 April 2012.
6. Anonim, Badan Pusat Statistik, Mei 2010, 'Perkembangan Beberapa Indikator Utama Sosial-Ekonomi Indonesia'. Available from: www.bps.go.id. Diakses tanggal 21 April 2012.
7. Chakraverty, A., Mishra, P., and Banerjee, D. (1988) 'Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica', *Journal of Materials Science*, Vol. 23, pp. 21-24.
8. Chandrasekhar, S., Pramada, P.N., and Majeed, J. (2006) 'Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash', *Journal of Materials Science*, Vol. 41, pp. 7926-7933.
9. Chandrasekhar, S., Satyanarayana. K. G., Pramada, P.N., and Raghavan, P. (2003) 'Review Processing, Properties and Applications of Reactive Silica from Rice Husk—An Overview', *Journal of Materials Science*. Vol. 38, pp. 3159 – 3168.
10. Chuai, C., Almdal, K., Poulsen, L. and Plackett, D. (2001) 'Conifer Fibres as Reinforcing Materials for Polypropylene Based Composites', *J. Appl. Polym. Sci.*, 80 (14), pp. 2833-2841.
11. Evert, R.F. (2006) 'Esau's Plant Anatomy: Meristems, Cells, and Tissues of the Plant Body: Their Structure, Function, and Development', third Edition, John Wiley & Sons, USA.

12. Fessenden, R.J.J.S.F. (1986) 'Organic Chemistry', third edition, California: Wadsworth Inc., California.
13. Hanafi S., A. dan Nandang R.A. (2010) 'Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik', *Jurnal Kimia Indonesia*, Vol. 5, hal. 35-38.
14. Harsono, H. (2002) 'Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi', *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 3, hal. 98-103.
15. Houston, D.F. (1972) 'Rice Chemistry and Technology', Vol. IV, American Association of Cereal Chemist, Inc., St. Paul, Minnesota, USA.
16. Husnain (2010) 'Mengenal Silika sebagai Unsur Hara', *Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian*.
17. Jones, T.S.(2000) 'Silicon', *U.S. Geological Survey Minerals Yearbook*.
18. Khali, H.P.S.A., Ismail, H., Rozman, H.D. and Ahmad, M.N. (2001) 'The effect of acetylation on interfacial shear strength between plant fibres and various matrices', *Euro. Polym. J.*, Vol. 37, pp. 1037-1045.
19. Kirk, R.E., and Othmer (1984) 'Encyclopedia of Chemical Technology', Fourth Edition, Vol. 21, John Wiley and Sons, Inc., New York.
20. Krishnarao, R.V, Subrahmanyam, J., and Kumar, T.J (2001) 'Studies on The Formation of Black Particles in Rice Husk Silica Ash', *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 21, pp. 99-104.
21. Krishnarao, R.V. and Godkhindi, M.M. (1992), 'Distribution of Silica in Rice Husks and its Effect on the Formation of Silicon Carbide', *Ceramics International*, Vol. 18, pp. 243-249.
22. Liu, C.-F., Ren, J.-L., Xu, F., Liu, J.-J., Sun, J.-X., and Sun, R.-C. (2006) 'Isolation and Characterization of Cellulose Obtained from Ultrasonic Irradiated Sugarcane Bagasse'. *J. Agric. Food Chem.* Vol. 54, pp. 5742-5748.
23. Lubis, S. (2009) 'Preparasi Katalis Cu/Silika Gel dari Kristobalit Alam Sabang serta Uji Aktivitasnya pada Reaksi Dehidrogenasi Etanol', *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, Vol. 7 No. 1, hal. 29-35.
24. Luh, B.S. (1991) 'Rice Utilization', Second Edition, Vol. 2, Van Nostrand Reinhold, USA.

25. Nakata, Y., Suzuki, M., and Okutami, T. (1989) 'Preparation and Properties of SiO₂ from Rice Hulls', *Nippon Seramikkusu Kyokai Gakujutsu Ronbunshi*, Vol. 97, pp. 842-849.
26. Narayanan, T. N., Liu, Z., Lakshmy, P.R., Gao, W., Nagaoka, Y., Kumar, D. S., Lou, J., Vajtai, R., and Ajayan, P.M. (2012) 'Synthesis of Reduced Graphene Oxide-Fe₃O₄ Multifunctional Freestanding Membranes and Their Temperature Dependent Electronic Transport Properties'. *Carbon*. Vol. 50, pp. 1338 –1345.
27. Oktaveni, D. (2009) 'Lignin Terlarut Asam dan Delignifikasi pada Tahap Awal Proses Pulping Alkali', Departemen Hasil Hutan, Fakultas Kehutanan, Institut Pertanian Bogor.
28. Onggo, H., Indiarti, L., dan Martosudirjo, S. (1988) 'Suhu Optimal Pengarangan dan Pembakaran Sekam Padi', *Telaah*, Vol. XI (1 dan 2), hal. 34-41.
29. Pessoa, A. Jr., I.M.Mancilha, Sato, S. (2003) 'Acid Hydrolysis of Hemicellulose from Sugarcane Bagasse', *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 14 (3).
30. Sapei, L, Robert Noeske, Peter Strauch, Oskar Paris (2008) 'Isolation of Mesoporous Biogenic Silica from the Perennial Plant Equisetum hyemale', *Chem. Mater.*, Vol 20, pp. 2020-2025.
31. Socrates, G. (2001) '*Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Tables and Charts*', 3rd ed., pp. 241-247, John Wiley and Sons Ltd, England.
32. Somaatmadja, D. (1980) 'Sekam Gabah sebagai Bahan Industri', Badan Penelitian dan Pengembangan Industri.
33. Sun, L., Gong, K. (2001) 'Silicon-based Materials from Rice Husks and Their Applications' *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol. 40, pp. 5861-5877.
34. Sunardi, S.P. (2006) '116 Unsur Kimia Deskripsi dan Pemanfaatannya', Yrama Widya.
35. Tangendjaja, B. (1991) 'Padi: Pemanfaatan Limbah Padi untuk Pakan'. Buku 3. Bogor: Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Pangan.
36. Umeda, J. and Kondoh, K. (2008) 'High-Purity Amorphous Silica Originated in Rice Husks via Carboxylic Acid Leaching Process', *Journal of Materials Science*, Vol. 43(22), pp. 7084-7090.
37. Umeda, J., I. Hisashi, et al. (2009). 'Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal Behavior of Rice Husks in Citric Acid Leaching Treatment'. *Transactions of JWRI*, Vol 38 (2), pp. 13-18.

38. Yusmaniar, S. B. (2007) 'Pengaruh Suhu Pemanasan Pada Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi', *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Edisi Khusus Desember 2009, hal. 115-117.