



ISSN 1978-0427

SEMINAR NASIONAL TEKNIK KIMIA

PROSIDING

SOEBARDJO BROTOHARDJONO XIV

Surabaya, 04 Juli 2018

Pengembangan Produk dan Energi Bersih

REVIEWERS:

- Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
- Prof. Dr. Ir. Ali Alfway, Msc
- Prof. Dr. Ir. Soemargono, SU
- Prof. Dr. Ir. Sri Redjeki, MT
- Dr. Ir. Srie Muljani, MT

SPEAKERS:

- Prof. Dr. Silvester Tursiloadi, M.Eng.
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, LIPI
- Prof. Bing-Joe Hwang, Ph.D
*National Taiwan University of Science and Technology,
Taiwan*
- Didik Sasono Setyadi, S.H., M.H.
Kepala Divisi Formalitas SKK MIGAS

DAFTAR ISI

RUANG A

No.	Nama	Judul	Institusi
A.1	Mochammad Rojil Ghufon, Dimas Dwi Utomo, Wahyu Imroni, Warju	Pengaruh <i>Diesel Particulate Trap</i> (DPT) Berbahan Dasar <i>Wiremesh Stainless Steel</i> Terhadap Reduksi Tingkat Kebisingan (<i>Noise Level</i>) Pada Isuzu Phanter Tahun 1997	Universitas Negeri Surabaya
A.2	Ika Yuni Rachmati, Putri Lilia Rosa, Susianto	Efek Temperatur Dan Sodium Hidroksida Pada Pemisahan Bitumen Dari Absuton Menggunakan Media Air Panas	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
A.3	Thia Sari Gloria Wurarah, Viviana Dewi, Lanny S	Sintesis Nanosilika Dari <i>Black Liquor Sekam Padi</i> Melalui Teknik Ramah Lingkungan	Universitas Surabaya
A.4	Maja Pranata M, Riza Alviany, Firman K, A. Roesyadi	Produksi Katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan Promotor Cr- Co Menggunakan Metode Impregnasi	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
A.5	Noor Amalia Chusna, Maryono	Potensi Pemanfaatan Timbulan Gas Metana Di TPA Bandengan Kabupaten Jepara Sebagai Peluang Produksi Energi	Universitas Diponegoro
A.6	Nurullafina S, Azka Afiza, Eldira Nindri Wena, Susianto, Ali Altway	Pirolisis Katalitik Asbuton Menjadi Bahan Bakar Cair Dengan Katalis Zeolite	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
A.7	Destrian H, Putu Ayu W P, Ignatius G, Firman K, A. Roesyadi	Produksi Biofuel Menggunakan Katalis Ni- Fe/HSZM-5 Dari Minyak Kelapa	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
A.8	Sri Redjeki, Jayati Putri utami, Ninik Sugatri	Produksi Mesopori Silika Dari Batuan Piropilit Melalui Proses Pembentukan Natrium Silikat	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
A.9	Kindriari N W, Evireza Putri A, Moch Taufiq, Lucky Indrati U.	Pembuatan Biobriket Dari Campuran Batubara Dan Arang Tempurung Kelapa Dengan Perekat Lignin Kayu Meranti	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
A.10	Renanto , Robbi Utomo , Alghifari Rifliansyah , Rizal Arifin	Penggunaan Metoda Perancangan Pinch Pada Berbagai Operasi Dalam Industri Kimia	Institut Teknologi Sepuluh Nopember

RUANG B

B.1	Rizal Syamharis, Mulyadi, Prantasi Harmi Tjahjanti	Prediksi Retak Pada Model Rangka Sepeda Roda Tiga Untuk Pasien Pasca <i>Stroke</i> Dengan Konsep <i>Tadpole</i>	Universitas Muhammadiyah Sidoarjo
B.2	Rizki Firmansyah Setya Budi, Wiku Lulus Widodo	Pengaruh Waktu Konstruksi Terhadap Biaya Pokok Produksi Listrik Pusat Listrik Tenaga Nuklir	Pusat Kajian Sistem Energi Nuklir - Badan Tenaga Nuklir Nasional
B.3	Rahmat G S, Prantasi Harmi Tjahjanti	Analisis Perbandingan <i>Shaft</i> Pompa Sentrifugal Tipe VCN 150 Dengan Tipe VCL 140	Universitas Muhammadiyah Sidoarjo
B.4	Octya Celline, Febriana Intan, Jessy Liliani, Yuana E Agustin	Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Selulosa Bakteri Dengan Penambahan Kitosan Untuk Aplikasi Medis	Universitas Surabaya
B.5	Syamsul Arif, Prantasi Harmi Tjahjanti	Analisa Uji Impak, Tekan, dan audiensi pada box speaker dengan komposisi 75% LMTJ+24% Reesin Poliester + 1% Katalis	Universitas Muhammadiyah Sidoarjo
B.6	Faldy Alfian, Prantasi Harmi Tjahjanti	Analisa Uji Mekanik Pada <i>Box Speaker</i> Komposisi 60% LMTJ+1% Lem PVC+39% (50% Kanji + 50% Urea)	Universitas Muhammadiyah Sidoarjo
B.7	Dwi Hery A, Sani, Anis Z Sabichi, Maya M S	Pembuatan Kalsium Silikat Dari Cangkang Telur Dan Abu Bagasse	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
B.8	Siswanto M, Nurul W T	Aplikasi Vacum Evaporator Pada Pembuatan Minuman Jahe Merah Instan Menggunakan Kristalizer Putar	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
B.9	Sony Agung Nugroho, Prantasi Harmi Tjahjanti	Rancang Bangun Lengan Ayun Dan Transmisi Tambahan Untuk Motor Disabilitas	Universitas Muhammadiyah Sidoarjo
B.10	Srie Muljani, Nove Kartika Erliyanti	Adsorben dari Limbah Industri Keramik untuk Penjernihan CPO	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur

RUANG C

No.	Nama	Judul	Institusi
C.1	Supriati Khotijatul Qubro, Mariyatul Kiftiyah, Trilaksono	Sintesis Selulosa Asetat Berbahan Dasar Pulp Ampas Tebu Dengan Modifikasi Rasio Komposisi Ampas Tebu Dengan Natrium Hidroksida	Universitas Jember
C.2	Ida Ayu Oka Suwati S	Analisis Kinerja Lingkungan Jalan Di Sekitar Perusahaan Pengolah Dan Pemurnian Tembaga Di Kecamatan Maluk, Kabupaten Sumbawa Barat	Universitas Mataram
C.3	Albert G K, Andreas L, Cynthia E, Hadiatni R P, Lieke R	Studi Termodinamika Pada Adsorpsi Direct Red 31 Dengan Adsorben <i>Modified Rice Husk</i>	Universitas Surabaya
C.4	Dwi Ima Hikmawati	Preparasi Serbuk Guguran Daun Jati (<i>Tectona Grandis</i>) Kering Dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Metilen Biru Dengan Sistem Batch	Universitas Pgris Madiun
C.5	Bambang W, Hana R, Penny P	Minyak Atsiri Dari Daun Salam Dengan Proses Penyulingan Uap Dan Air	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
C.6	Ketut Sumada, L Urip Widodo	Pupuk Cair Biosilika-Plus Berbahan Baku Limbah Abu Bagasse	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
C.7	Dinar Ismilla Putri, Indah Nur Laila, Titi Susilowati	Pengaruh Penambahan Kaporit Dan PAC Terhadap Sifat Fisika Dan Kimia Air Sanitasi Di PT Semen Indonesia (Persero) Tbk Tuban	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
C.8	Tuani L Simangunsong, Yunus Fransiscus, Elieser Tarigan, Fitri D Kartikasari	Kajian Pengelolaan Sampah Fakultas Farmasi Dalam Mendukung Program Green Campus Universitas SURABAYA	Universitas Surabaya

RUANG D

No.	Nama	Judul	Institusi
D.1	M Rifqi Aqil Y, Karrisa G R, Gilang A S, Muhammad Fikri K, Ali Altway, Siti Nurkhamidah	Pemodelan Dan Simulasi Stripping Gas Karbondioksida (CO ₂) Dari Methylidiethanolamine (MDEA) Berpromotor Dalam Kolom Berpacking	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
D.2	Embun Rachma Haqiqi	Analisis FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>) Limbah Cangkang Telur Ayam Dikombinasi Biomassa Sekam Padi Setelah Adsorpsi Larutan Zat Warna Metil Orange : Variasi Ukuran Sekam Padi	Universitas PGRI Madiun
D.3	Erlinda Ningsih, Achmad C Ni'am, Yustia Wulandari Mirzayanti, Pipit Febrianita, Wanvia Vangesti	Konversi FFA Pada Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Kapuk (<i>Ceiba Pentandra</i>) Menggunakan Katalis Ca/Hydrotalcite	Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya
D.4	Ufafa Anggarini, Rosa Dwi Sasala Putri, Anni Rahmat	Aktivasi Kimia Karbon Sabut Siwalan (<i>Borassus Flabellifer</i>) Dengan Perbandingan Aktivator KOH, NaOH Dan H ₃ PO ₄	Universitas Internasional Semen Indonesia
D.5	Bambang Ismuyanto	Zeolit Alam Diaktivasi Senyawa Alkali	Universitas Brawijaya Malang
D.6	Yatim Lailun Ni'mah, Arlita Sandya Styra W, Harmami	Studi Konduktivitas Solid Polymer Electrolyte (SPE) PEO (Poly Ethylene Oxide)-LiClO ₄ (Lithium Perchlorate) Dengan Fly Ash Dari PT. Tjiwi Kimia Sidoarjo	Institut Teknologi Sepuluh Nopember
D.7	Caecilia Pujiastuti, Yustina Ngatilah, Ketut Sumada, Dinar Ismilla, Indah Nurlaila	Removal Impurities Ion Ca, Mg, K Dan SO ₄ Pada Larutan Garam Dengan Metode Pertukaran Ion Dalam Rangka Peningkatan Kualitas Produk Garam	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
D.8	Dinar Ismilla Putri, Indah Nur Laila	Peningkatan Kualitas Garam Rakyat Menjadi Garam Industri Menggunakan Metode Pertukaran Ion	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
D.9	Retno Dewati, Suprihatin, Ketut Sumada	Pengaruh Tinggi Unggun Diam Pada Proses Presipitasi Larutan Natrium Silika Dengan Gas Karbon Dioksida	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur
D.10	Arlini Dyah Radityaningrum, Maritha Nilam Kusuma	Kinerja Tanaman Scirpus Pada Horizontal Constructed Wetland Dalam Menurunkan Tss, Bod, Eschericia Coliform Dari Lumpur Tinja	Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya
D.11	Edi Mulyadi, Nurul Widji Triana	Kristalisasi Gula Semut Berbasis Glukose	Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur



SINTESIS NANOSILIKA DARI *BLACK LIQUOR* SEKAM PADI MELALUI TEKNIK RAMAH LINGKUNGAN

Thia Sari Gloria Wurarah¹, Viviana Dewi¹ dan Lanny Sapei^{*1}

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Surabaya¹

E-mail¹ : tsgloriaa@gmail.com ; lanny.sapei@staff.ubaya.ac.id

Abstrak

Sekam padi merupakan limbah pertanian yang banyak tersedia di negara penghasil padi, seperti Indonesia. Sekitar 20% dari limbah penggilingan padi adalah sekam padi. Sekam padi memiliki kandungan silika sekitar 20%. Oleh sebab itu, sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai alternatif sumber bio-silika seperti penyangga katalis dan adsorben. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh pH dan lama pendiaman terhadap yield dan karakteristik silika. Pada penelitian ini sekam padi diberi perlakuan awal yaitu proses pulping kemudian proses presipitasi dengan penambahan HCl 3%v/v sehingga mencapai pH campuran 6, 7, dan 8 kemudian didiamkan selama 48 jam dan 72 jam. Analisis pengamatan warna menunjukkan serbuk yang dihasilkan berwarna putih. Jumlah yield terbesar diperoleh pada lama pendiaman 72 jam. Analisis FTIR menunjukkan pada pH campuran 8 dengan lama pendiaman 72 jam menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Analisis XRD menunjukkan silika yang terdapat dalam sekam padi memiliki struktur amorf. Analisis SEM menunjukkan bentuk partikel yang tersebar tidak homogen.

Kata Kunci : HCl, Presipitasi, Pulping, Sekam padi, Silika

ENVIRONMENTALLY FRIENDLY METHOD FOR NANOSILICA RECOVERY FROM RICE HUSK BLACK LIQUOR

Thia Sari Gloria Wurarah¹, Viviana Dewi¹ dan Lanny Sapei^{*1}

Chemical Engineering department, Faculty of Engineering, University of Surabaya¹

E-mail^{*1} : tsgloriaa@gmail.com ; lanny.sapei@staff.ubaya.ac.id

Abstract

Rice husk is an agricultural waste abundantly available in rice-producing countries, such as Indonesia. About 20% mass of the whole rice is rice husk. The rice husks contain silica about 20%. Therefore, rice husk can be used as an alternative source of bio-silica such as catalyst support and adsorbent. The aim of this experiment was to study the effect of pH and aging time on yield and silica characteristics. In this research, rice husk was pretreated by pulping process using 1 M NaOH followed by precipitation process with the addition of 3%v/v HCl to reach pH 6, 7, 8 and then the solution was left for 48 hours and 72 hours. The color observation demonstrated the white color of all samples. The highest yield was obtained at aging time of 72 hours. FTIR analysis showed silica particle with the highest purity was obtained at pH 8 and aging time of 72 hours. XRD analysis showed that the biosilica synthesis from rice husk black liquor had an amorphous structure. SEM analysis showed that the dispersed biosilica particles formed were not homogeneous.

Keywords: HCl, Precipitation, Pulping, Rice Husk, Silica

1. PENDAHULUAN

Padi merupakan bahan pangan pokok bagi bangsa Indonesia sehingga kebutuhannya semakin meningkat setiap tahunnya dan mengakibatkan peningkatan jumlah limbah yang dihasilkan. Di dunia, padi yang dihasilkan sebanyak ± 745,5 juta ton gabah kering giling (FAO, 2016) dan di Indonesia sebanyak 79,141 juta ton gabah kering giling (BPS, 2016). Sekam padi merupakan 20% dari limbah penggilingan padi yang sampai saat ini masih belum dimanfaatkan dengan maksimal. Umumnya, sekam padi hanya dimanfaatkan sebagai media tanam, alas pakan ternak atau hanya dibakar tanpa pemanfaatan lebih lanjut. Padahal, sekam padi memiliki berbagai komponen yang masih dapat dimanfaatkan seperti 18% xylan, 22% lignin, 38% selulosa, 20% silika amorf dan 2% komponen organik lainnya (Zhang dkk., 2014).

Limbah dari industri *pulp* berupa cairan hitam pekat hasil reaksi kimia antara bahan yang mengandung lignin, selulosa, hemiselulosa dan komponen lainnya dengan bahan kimia yang digunakan dalam pemasakan *liquor* dapat disebut *black liquor*. *Black liquor* dapat diperoleh dari limbah hasil pembuatan *pulp* dengan bahan dasar dari lignoselulosa baik kayu maupun *non-kayu*. Minu dkk (2012) mempelajari pembuatan *pulp* dari jerami padi sebagai bahan baku alternatif pembuatan kertas. Jerami padi memiliki kandungan silika yang cukup tinggi sekitar 60-80% berat. Untuk pembuatan kertas yang menghasilkan limbah *black liquor*, dimulai dari limbah jerami padi yang dilakukan proses *leaching* menggunakan larutan asam. Setelah *leaching* dengan larutan asam, dilanjutkan proses pembakaran sempurna yang membentuk silika murni. Silika murni kemudian diekstraksi dengan larutan basa sehingga menjadi silika terlarut yang ditunjukkan dengan wujud *black liquor* (Minu dkk., 2012). Namun, dalam penghasilan limbah *black liquor* dapat digunakan alternatif bahan baku lain yaitu sekam padi.

Cardoso dkk (2008) menyatakan bahwa *black liquor* merupakan larutan kompleks yang terdiri dari senyawa organik dan anorganik. Untuk memperoleh silika, senyawa organik maupun anorganik selain silika harus dihilangkan baik secara termal maupun *non-termal*. Ghorbani dkk (2015) menyatakan bahwa metode termal yang digunakan yaitu pembakaran sempurna dengan suhu lebih dari 600 °C sedangkan metode *non-termal* yang digunakan yaitu ekstraksi silika tanpa proses pembakaran. Pada metode pembakaran sempurna, terdapat dua cara untuk mendapatkan silika dari sekam padi yaitu dengan cara pembakaran langsung dan dengan cara metode *pretreatment* dilanjutkan pembakaran. Todkar dkk (2016) menyatakan bahwa dengan cara pembakaran langsung dilakukan dengan suhu 1500 °C untuk mendapatkan silika murni. Ghorbani dkk (2015) menyatakan bahwa *pretreatment* yang dilakukan yaitu proses *leaching* dengan konsentrasi 1 N larutan asam menggunakan variasi jenis asam yaitu asam sulfat, nitrat dan klorida. Setelah melalui proses *leaching*, dilanjutkan proses pembakaran pada suhu 600 °C. Tahap selanjutnya setelah metode pembakaran dengan kedua cara tersebut, silika murni di ekstraksi menggunakan larutan basa yaitu 1 N natrium hidroksida yang akan membentuk natrium silikat terlarut dalam air atau disebut juga *black liquor*. *Black liquor* bersifat basa karena penambahan KOH atau NaOH. *Black liquor* tidak hanya melarutkan silika namun juga melarutkan lignin sehingga diperlukan proses pemisahan untuk mendapatkan silika. Proses pemisahan yang dipilih adalah presipitasi pada rentang pH optimum yaitu 6-7 dengan penambahan asam kuat seperti H₂SO₄, HCl, H₃PO₄ dan HNO₃ pada konsentrasi tertentu (Minu dkk., 2012). Dengan pH optimum akan membentuk endapan silika setelah didiamkan selama 24 jam. Endapan silika yang terbentuk dalam wujud silika *gel*. Untuk mendapatkan kembali silika murni, dilakukan pengeringan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama dua jam untuk menghilangkan kandungan air kemudian pendinginan dalam desikator (Majumder dkk., 2014).

Biosilika memiliki berbagai manfaat dalam berbagai bidang seperti pada bidang pangan dimanfaatkan sebagai emulsifier untuk sistem minyak-air dari *squalane*, *n-heptane* dan *paraffin oil*. Pada bidang medis biosilika biasanya digunakan sebagai *drug delivery* dan *dental composite*. Biosilika dalam bidang industri dapat dijadikan sebagai adsorben maupun penyangga katalis (Liou dan Yang, 2011). Biosilika juga berperan penting dalam campuran bahan bangunan seperti semen, beton dan keramik untuk memperkuat bangunan.

Penelitian ini mempelajari pengaruh pH campuran natrium silikat dan lama pendiaman pada proses presipitasi dengan menggunakan HCl untuk mengoptimalkan perolehan serbuk silika yang bersifat amorf dan memiliki kemurnian yang tinggi. Produk yang dihasilkan akan dilakukan analisis berupa pengamatan warna, jumlah *yield* yang dihasilkan, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), XRD (*X-Ray Powder Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

2. METODE PENELITIAN

2.1. Bahan

Sekam padi dari petani Mojokerto di Jawa Timur, Indonesia. Asam klorida 37% (Merck & Co), natrium hidroksida teknis (*flake*) dibeli dari PT. Bratachem, Indonesia. Air demineralisasi hasil pengolahan oleh Laboratorium Membran dan Polimer, Universitas Surabaya.

2.2. Ekstraksi

Proses *pulping* atau yang disebut proses ekstraksi dilakukan dengan membuat larutan NaOH 1 M sebanyak 500 ml. Kemudian memasukkan 10 gram sekam padi yang sudah diberi perlakuan *leaching* ke dalam gelas beaker ukuran satu liter berisi 500 ml larutan NaOH 1 M. Campuran sekam padi dan NaOH dipanaskan hingga mendidih dalam keadaan tertutup menggunakan *aluminium foil* untuk mencegah terjadinya penguapan. Pemanasan hingga mendidih dilakukan selama 2 jam diatas *hotplate* (Mirak, Germany) dengan pengadukan pada kecepatan 600 rpm menggunakan *magnetic stirrer* untuk melarutkan silika dan menghasilkan campuran natrium silikat (*black liquor*). Campuran natrium silikat selanjutnya dibiarkan dingin sampai suhu kamar kemudian disaring biasa untuk menghilangkan kotoran yang tidak reaktif.

2.3. Presipitasi

Sebanyak 200 ml larutan natrium silikat diambil untuk proses presipitasi dalam wadah gelas beaker ukuran 500 ml dengan memanaskan diatas *hotplate* (Mirak, Germany) dalam keadaan gelas beaker tertutup menggunakan *aluminium foil* untuk mencegah terjadinya penguapan. Pemanasan dilanjutkan hingga mencapai suhu larutan 40 °C dengan kecepatan pengadukan 400 rpm menggunakan *magnetic stirrer* kemudian menjaga larutan pada kondisi suhu tersebut selama penambahan HCl. Penambahan HCl 3%v/v pada larutan natrium silikat dilakukan dengan cara titrasi hingga mencapai variasi pH campuran yaitu 6,7 dan 8 dengan pengukuran pH menggunakan alat pH-Meter CG 85 (Schott, Germany). Pengadukan dan pemanasan untuk menjaga suhu campuran pada 40 °C dilanjutkan selama 90 menit pada kondisi pH yang telah tercapai kemudian dibiarkan pada suhu ruang dengan variasi lama pendiaman 48 jam dan 72 jam agar silika gel dapat mengendap secara perlahan.

2.4. Pengeringan

Gel yang terbentuk dari hasil pengendapan disaring menggunakan corong *buchner* (Schott, Germany). Penyaringan dilakukan sambil membilas gel menggunakan akuades untuk menghilangkan garam sulfat (Ghorbani dkk., 2015) sehingga gel yang berwarna kecoklatan menjadi bening. Hasil penyaringan dan pembilasan dilakukan pengeringan menggunakan oven (Memmert, Germany) pada suhu 150 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan air. Hasil pengeringan berwujud padatan lalu digerus hingga menjadi serbuk yang halus dan ditimbang. Serbuk halus selanjutnya dimasukkan ke dalam *furnace* (Ney VULCAN D-550, Denstply Ceramco, USA) pada suhu 750 °C selama 5 jam setiap kenaikan 10°C/menit untuk menghilangkan sisa pengotor dan menghasilkan serbuk yang berwarna putih. Serbuk yang dihasilkan dibiarkan hingga mencapai suhu kamar dan ditimbang lalu disimpan untuk karakterisasi lebih lanjut.

Menurut Haq dkk (2013), jumlah *yield* silika yang diperoleh dapat diperhitungkan menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ Yield silika} = \frac{\text{massa serbuk sekam padi } (m_2)}{\text{massa sekam padi awal } (m_1)} \times 100\%$$

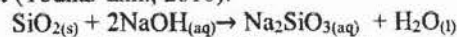
2.5. Karakterisasi

Serbuk silika dilakukan analisa seperti pengamatan warna untuk memastikan warna putih yang dihasilkan. Uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk menganalisa gugus fungsi yang ada pada silika. Uji SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*) untuk analisa morfologi silika dan mengetahui komponen yang tersebar secara lokal. Uji XRD (*X-Ray Powder Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristalin dari silika. Ketiga uji tersebut dilakukan di Perguruan Tinggi Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.

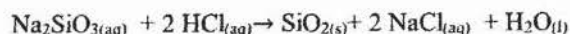
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Presipitasi silika dari black liquor

Metode ekstraksi alkalis merupakan metode penambahan larutan basa untuk mengekstrak silika. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Todkar dkk., 2016):



Metode presipitasi dilakukan dengan prinsip menambahkan suatu larutan asam yang dapat bereaksi dengan larutan sodium metasilikat untuk mengendapkan silika. Reaksi yang terjadi jika menggunakan asam klorida adalah:



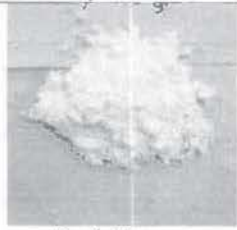


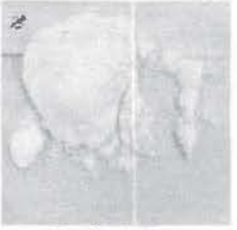


Silika akan banyak terpresipitasi pada pH < 8. Menurut Minu dkk (2012), nilai pH < 5 maka yang akan terpresipitasi adalah lignin dan pH yang sesuai untuk mengendapkan silika adalah pH 6-7.

3.2. Pengamatan warna silika

Serbuk silika yang dihasilkan dari proses presipitasi masih berwarna coklat yang menandakan masih terdapat banyak pengotor pada serbuk silika yang dihasilkan. Pengotor tersebut dihilangkan dengan proses pembakaran pada suhu 750 °C untuk menghilangkan sisa komponen pengotor yang memiliki titik didih dibawah suhu pembakaran seperti hemiselulosa dengan titik didih sekitar 220-350 °C, selulosa dengan titik didih sekitar 315-400 °C, lignin dengan titik didih sekitar 150-900 °C (Yang dkk., 2007) dan beberapa komponen lainnya.



Tabel 1. Warna Serbuk Silika

Variasi	pH 6	pH 7	pH 8
2 hari	 Putih Terang	 Putih Terang	 Putih Salju
3 hari	 Putih Salju	 Putih Salju	 Putih Terang

Secara umum, produk yang diperoleh dari penelitian ini memiliki bentuk serbuk dan berwarna putih yang menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan terbukti silika seperti pada Tabel 1. Warna putih yang ditunjukkan pada setiap serbuk tidak semua tergolong dalam warna putih terang dan beberapa berwarna putih salju yang disebabkan adanya ikatan ion pengotor anorganik dengan karbon pada serbuk silika sehingga menyebabkan karbon tidak dapat teroksidasi secara sempurna (Liou dkk., 2010).

3.3. Analisa yield silika

Pada sekam padi terdapat 20% silika (Zhang dkk. 2014) sehingga untuk 10 gram sekam padi, silika yang dapat diperoleh maksimal adalah 2 gram. Pada Tabel 2 menunjukkan bahwa silika yang diperoleh tidak mencapai maksimal. Hal tersebut disebabkan pengaruh dari beberapa faktor seperti jumlah pelarut, jenis pelarut, lamanya waktu *pulping* dan faktor lainnya.

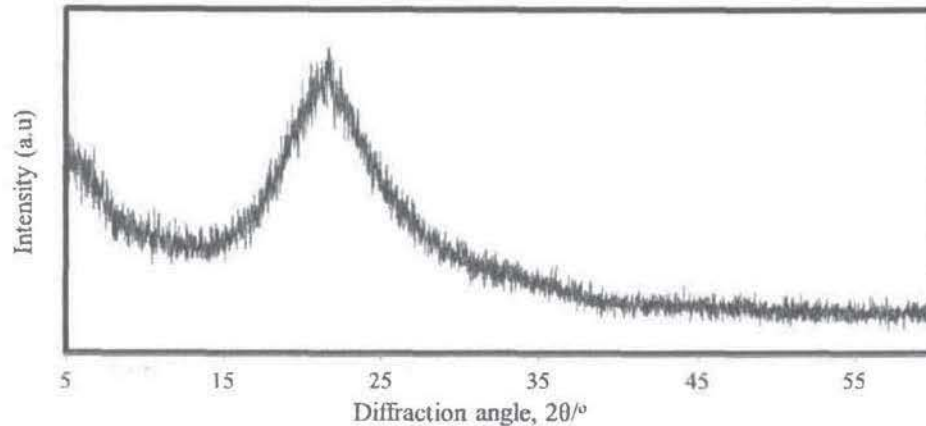
Tabel 2. Persen *yield* silika

pH	Lama Pendiangan (jam)	Massa Serbuk Silika (gram)	Persen <i>yield</i> silika (%)
6	48	0,7345	7,345
6	72	0,7826	7,826
7	48	0,7009	7,009
7	72	0,6821	6,821
8	48	0,6594	6,594
8	72	0,6388	6,388

Berdasarkan Tabel 2, menunjukkan jumlah *yield* silika terbanyak diperoleh pada perlakuan untuk pH 6 dengan lama pendiaman 72 jam. Semakin lama waktu pendiaman akan menghasilkan silika yang lebih banyak dikarenakan akan terbentuk semakin banyak flok-flok besar. Pada larutan hasil presipitasi terdapat banyak flok-flok kecil yang belum membentuk flok besar sehingga dibutuhkan waktu untuk membentuk flok besar. Oleh karena itu, semakin lama waktu pendiaman akan memberikan waktu untuk flok-flok kecil berikatan membentuk flok besar dan mengendap menuju dasar wadah.

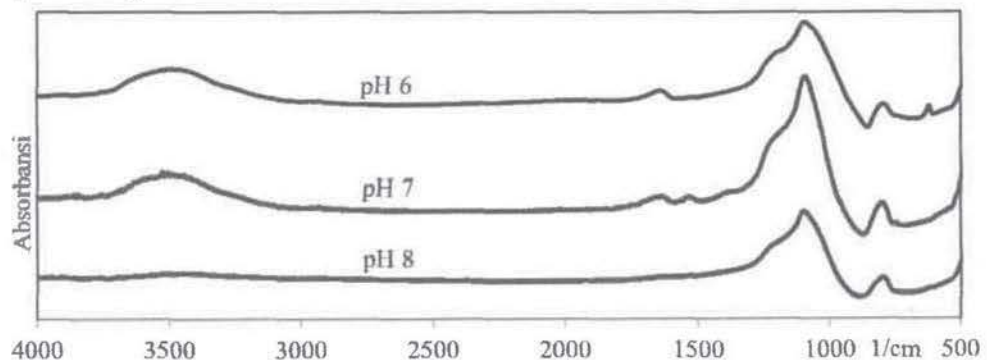
3.4. Analisa struktur silika

Pola *X-ray diffraction* dari serbuk silika yang diperoleh dengan perlakuan pH 7 dan lama pendiaman 72 jam ditunjukkan pada Gambar 1 yang mewakili produk serbuk silika lainnya dengan variasi pH 6 dan 8 serta lama pendiaman 48 jam dan 72 jam. Puncak pada kisaran $2\theta = 22^\circ$ menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan memiliki struktur amorf. Dari penelitian ini dapat di konfirmasi dengan hasil peneliti sebelumnya yang menghasilkan struktur silika berupa silika amorf dengan ditunjukkan pada rentang puncak $2\theta = 15^\circ-30^\circ$ (Ghorbani dkk., 2015).



Gambar 1. Pola *X-ray diffraction* pada serbuk silika dengan perlakuan pH campuran 7 dan lama pendiaman 72 jam.

Gambar 2 menunjukkan spektra FTIR pada serbuk silika yang dihasilkan pada variasi pH 6, 7, 8 dengan lama pendiaman 72 jam dan menunjukkan adanya kesamaan struktur silika hasil presipitasi dengan struktur silika murni. Pada Gambar 2 dapat diamati bahwa gugus silika (Si-O-Si) terdapat pada bilangan gelombang sekitar 1100 dan 465 cm^{-1} . Kedua puncak menunjukkan gugus penyusun silika sehingga membuktikan bahwa produksi silika berhasil diperoleh dengan perlakuan presipitasi menggunakan HCl. Hal ini menunjukkan bahwa hampir semua senyawa organik yang terkandung dalam sekam padi terbakar pada suhu 750 °C. Namun, terdapat gugus lain pada serbuk silika yang dihasilkan dengan bilangan gelombang ditunjukkan pada Tabel 3. Gugus yang nampak selain gugus silika menunjukkan ada kemungkinan sisa karbon yang tidak ikut terbakar sehingga menghasilkan serbuk tidak berwarna putih terang.



Gambar 2. Spektra FTIR pada perlakuan lama pendiaman 72 jam dengan variasi pH campuran 6, 7 dan 8.

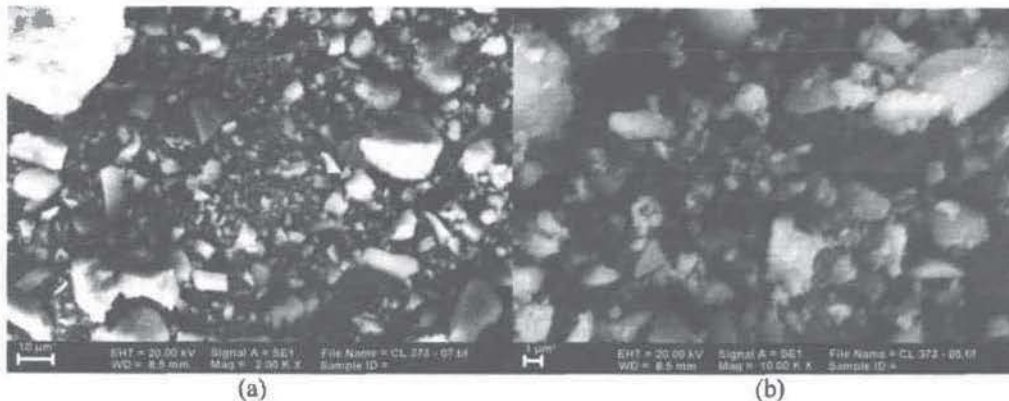
Apabila dibandingkan spektra FTIR pada pH 6, 7 dan 8 seperti Gambar 2, diperoleh bahwa presipitasi dengan asam klorida pada pH campuran 8 menghasilkan silika dengan kemurnian yang lebih baik seperti ditunjukkan pada Gambar 2c dimana gugus pengotor tidak nampak secara signifikan.

Tabel 3. Tipe gugus hasil uji FTIR

Bilangan gelombang	Jenis gugus
3500-3100	-OH <i>stretching</i>
2950-2850	C-H <i>stretching</i>
1665-1655	C=O pada ikatan α dan γ
1520-1500	<i>Aromatic ring vibration</i> (lignin)
1090-1080	Si-O-Si <i>stretching</i>
1027-950	C-O <i>deformation</i>
945-800	C-H <i>deformation</i>
780-469	Si-H
467-400	Si-O-Si <i>bend vibration</i>

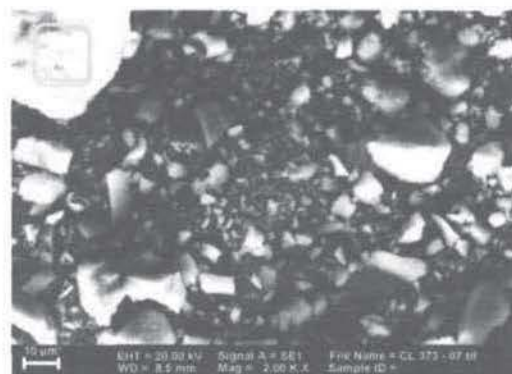
3.5. Analisa morfologi dan kandungan logam pada silika

Analisa SEM-EDX ini dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur permukaan pada partikel silika dan kandungan elemen-elemen pada partikel secara lokal. Berdasarkan Gambar 3, menunjukkan hasil SEM dari serbuk silika yang diperoleh dengan perlakuan pH 7 dan lama pendiaman 72 jam yang mewakili produk serbuk silika lainnya dengan variasi pH 6 dan 8 serta lama pendiaman 48 jam dan 72 jam.



Gambar 3. SEM pada serbuk silika perlakuan pH 7 dan lama pendiaman 72 jam dengan perbesaran (a) 500x dan (b) 10.000x.

Gambar 3 menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan memiliki bentuk seperti granula dengan bentuk dan ukuran partikel yang tidak homogen. Pada pembesaran 10.000x pada Gambar 3b dapat dilihat bahwa silika yang dihasilkan memiliki bentuk yang tidak beraturan dan adanya rongga-rongga dengan rata-rata ukuran partikel sebesar 1000 ± 20 nm. Struktur permukaan partikel pada sampel dengan perlakuan berbeda memiliki struktur yang hampir sama dengan Gambar 3.



Gambar 4. Lokasi identifikasi logam pada perbesaran 500x.

Secara keseluruhan, logam silika (Si) tersebar merata pada setiap partikel silika pada sampel. Namun, identifikasi kandungan logam hanya dilakukan pada area tertentu seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Berdasarkan hasil identifikasi diperoleh bahwa kandungan silika (Si) mendominasi dengan 23,71% atom dibandingkan dengan kandungan logam lain seperti Natrium (Na) dengan 0,39% atom, Aluminium (Al) dengan 0,26% atom, dan Kalium (K) dengan 0,23% atom.

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Dari penelitian ini dapat diperoleh kesimpulan bahwa pH adalah faktor penting untuk menentukan *yield* dan karakteristik silika yang diperoleh. pH campuran 6 memberikan hasil *yield* terbanyak namun pH campuran 8 memberikan karakteristik silika yang lebih murni. Untuk lama pendiaman 72 jam memberikan hasil *yield* silika terbanyak dengan karakteristik silika yang lebih murni. Karakteristik silika yang dihasilkan memiliki struktur amorf, berbentuk granula dengan kandungan silika lokal 23,71% atom.

Dari penelitian ini disarankan perlu dilakukan pengujian BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) untuk mengetahui luas permukaan silika, perlu dilakukan uji XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kemurnian silika secara kuantitatif dan perlu juga dilakukan pengujian karakteristik sampel lainnya supaya dapat memperoleh kajian yang lebih baik.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Badan Pusat Statistik, "Produksi Padat tahun 2015 naik 6,37 persen", <https://www.bps.go.id/brs/view/id/1271>, diakses pada 14 April 2017.
- Cardoso, M., Oliveira, E.D.D., Passos, M.L., 2009. Chemical composition and physical properties of black liquors and their effects on liquor recovery operation in Brazilian pulp mills. *Fuel*. Vol. 88, pp. 756-763.
- FAO (2011). Food and Agriculture Organization of the United Nations. FAOSTAT. Retrieved from , <http://faostat.fao.org>.
- Ghorbani, F., Sanati, A.M., Maleki, M., 2015. Production of Silica Nanoparticles from Rice Husk as Agricultural Waste by Environmental Friendly Technique. *Environmental Studies of Persian Gulf*. Vol.2(1), pp. 56-65.
- Haq, I.U., Akhtar, K., Malik, A., 2014. Effect of Experimental Variables on the Extraction of Silica from the Rice Husk Ash. *J.Chem.Soc.Pak.* Vol. 36(3), pp. 382-387.
- Liou, T.H., Yang, C.C., 2011. Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash. *Materials Science and Engineering B*. pp. 521-529.
- Majumder, C.B., Sharma, M., Soni, G., 2014. A simple non-conventional method extract amorphous silica from rice husk. *Bioresource Technology*. India.
- Minu, K., Jiby, K.K., Kishore, V.V.N., 2012. Isolation and purification of lignin and silica from the black liquor generated during the production of bioethanol from rice straw. *Biomass and Bioenergy*. Vol. 39, pp. 210-217.
- Todkar, B.S., Deorukhar, O.A., Deshmukh, S.M., 2016. Extraction of Silica from Rice Husk. *Journal of Engineering Research and Development*. Vol. 12, pp. 69-74.
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H., Zheng, C., 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86. pp. 1781-1788.
- Zhang, H., Ding, X., Wang, Z., Zhao, X., 2014. Consecutively Preparing D-Xylose, Organosolv Lignin, and Amorphous Ultrafine Silica from Rice Husk. *Bioinorganic Chemistry and Applications*. Vol. 2014, pp. 1-9.



DAFTAR PUSTAKA

- Badan Pusat Statistik, "Produksi Padat tahun 2015 naik 6,37 persen", <https://www.bps.go.id/brs/view/id/1271>, diakses pada 14 April 2017.
- Cardoso, M., Oliveira, E.D.D., Passos, M.L., 2009. Chemical composition and physical properties of black liquors and their effects on liquor recovery operation in Brazilian pulp mills. *Fuel*. Vol. 88, pp. 756-763.
- FAO (2011). Food and Agriculture Organization of the United Nations. FAOSTAT. Retrieved from . <http://faostat.fao.org>.
- Ghorbani, F., Sanati, A.M., Maleki, M., 2015. Production of Silica Nanoparticles from Rice Husk as Agricultural Waste by Environmental Friendly Technique. *Environmental Studies of Persian Gulf*. Vol.2(1), pp. 56-65.
- Haq, I.U., Akhtar, K., Malik, A., 2014. Effect of Experimental Variables on the Extraction of Silica from the Rice Husk Ash. *J.Chem.Soc.Pak.* Vol. 36(3), pp. 382-387.
- Liou, T.H., Yang, C.C., 2011. Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash. *Materials Science and Engineering B*. pp. 521-529.
- Majumder, C.B., Sharma, M., Soni, G., 2014. A simple non-conventional method extract amorphous silica from rice husk. *Bioresource Technology*. India.
- Minu, K., Jiby, K.K., Kishore, V.V.N., 2012. Isolation and purification of lignin and silica from the black liquor generated during the production of bioethanol from rice straw. *Biomass and Bioenergy*. Vol. 39, pp. 210-217.
- Todkar, B.S., Deorukhar, O.A., Deshmukh, S.M., 2016. Extraction of Silica from Rice Husk. *Journal of Engineering Research and Development*. Vol. 12, pp. 69-74.
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D.H., Zheng, C., 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86. pp. 1781-1788.
- Zhang, H., Ding, X., Wang, Z., Zhao, X., 2014. Consecutively Preparing D-Xylose, Organosolv Lignin, and Amorphous Ultrafine Silica from Rice Husk. *Bioinorganic Chemistry and Applications*. Vol. 2014, pp. 1-9.