


 **TEKNOSAIN**



**POTENSI
SILIKA SEKAM
SEBAGAI BAHAN KERAMIK
REFRAKTORI
TAHAN PADA SUHU TINGGI**

Prof. Simon Sembiring, Ph.D.

Potensi Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Keramik Refraktori Tahan Pada Suhu Tinggi

oleh Prof. Simon Sembiring, Ph.D

Hak Cipta © 2017 pada penulis



Ruko Jambusari 7A Yogyakarta 55283

Telp: 0274-889398; Fax: 0274-889057; E-mail: info@teknosain.com

Hak Cipta dilindungi undang-undang. Dilarang memperbanyak atau memindahkan sebagian atau seluruh isi buku ini dalam bentuk apa pun, secara elektronik maupun mekanis, termasuk memfotokopi, merekam, atau dengan teknik perekaman lainnya, tanpa izin tertulis dari penerbit.

Tajuk Entri Utama: Sembiring, Simon

Potensi Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Keramik Refraktori Tahan Pada Suhu Tinggi/Simon Sembiring

- Edisi Pertama. Cet. Ke-1. - Yogyakarta: Teknosain, 2017
xx + 150 hlm.; 25 cm

Bibliografi: 119 - 145.; Gloss.: 147 - 150

ISBN : 978-602-6324-79-5

E-ISBN : 978-602-6324-80-1

1. Keramik

I. Judul

620.14

Semua informasi tentang buku ini, silahkan scan QR Code di cover belakang buku ini

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xvii
BAB 1 SILIKA SEKAM PADI (<i>Rice Husk Silica</i>)	1
1.1 Pendahuluan	1
1.2 Sekam Padi	3
1.3 Metode Perolehan Silika dari Sekam Padi	7
1.3.1 Metode Ekstraksi (alkalis)	8
1.3.2 Metode Pengabuan	10
1.4 Struktur Silika Sekam Padi	13
1.5 Pemanfatan Silika Sekam Padi	17
BAB 2 KERAMIK REFRAKTORI BERBASIS SILIKA	25
2.1 Material Refraktori	25
2.2 Raw Material Refraktori	26
2.3 Karakteristik Kimia dan Fisik Material Refraktori	28
2.4 Keramik Refraktori	31
2.4.1 Keramik Cordierite ($Mg_2Al_4Si_5O_{18}$)	32
2.4.2 Keramik Mullite (Al_2SiO_5)	36
2.4.3 Keramik Borosilikat (B_2SiO_5)	43
2.4.4 Keramik <i>Forsterite</i> (Mg_2SiO_4)	50

BAB 3	SINTESIS KERAMIK REFRAKTORI CORDIERITE BERBASIS SILIKA SEKAM PADI	57
3.1	Pendahuluan	57
3.2	Pembentukan Struktur Keramik Refraktori Cordierite Berdasarkan Silika Sekam Padi Akibat Perlakuan Termal/ Sintering	61
3.2.1	Sintesis Keramik Refraktori Cordierite	61
3.3	Analisis Gugus Fungsi Keramik Refraktori Cordierite dengan Metode Infrared Spectroscopy (FTIR)	63
3.4	Analisis Struktur Keramik Refraktori Cordierite dengan Metode Difraksi (XRD)	65
3.5	Analisis Mikrostruktur Keramik Refraktori Cordierite dengan Mikroskop Elektron (SEM)	69
3.6	Analisis Perubahan Fisis (Densitas, Porositas, Koefisien ekspansi Termal) Keramik Refraktori Cordierite	72
3.7	Analisis Perubahan mekanik (<i>hardness dan bending strength</i>) Keramik Refraktori Cordierite	75
BAB 4	SINTESIS KERAMIK REFRAKTORI CORDIERITE-ALUMINA BERBASIS SILIKA SEKAM PADI	77
4.1	Keramik Alumina (Al_2O_3)	77
4.2	Keramik Cordierite-Alumina	80
4.3	Pembentukan Struktur Keramik Refraktori <i>Cordierite-Alumina</i>	84
4.3.1	Sintesis Keramik Refraktori <i>Cordierite-Alumina</i>	84
4.3.2	Analisis Struktur Keramik <i>Cordierite-alumina</i> dengan XRD	84
4.4	Analisis Mikrostruktur Keramik Refraktori <i>Cordierite-Alumina</i> dengan SEM	88
4.5	Sifat Fisis (<i>Densitas, Porositas, thermal expansion coefficient dan resistivitas</i>) Keramik Refraktori <i>Cordierite-Alumina</i>	90
4.6	Sifat mekanik (<i>hardness dan bending strength</i>) Keramik Refraktori <i>Cordierite-Alumina</i>	95

BAB 5	SINTESIS KERAMIK REFRAKTORI <i>CORDIERITE-PERICLASE</i> BERBASIS SILIKA SEKAM PADI	97
5.1	Keramik Periclase (MgO)	97
5.2	Keramik <i>Cordierite-Periclase</i>	99
5.3	Pembentukan Struktur Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i>	101
5.3.1	Sintesis Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i>	101
5.3.2	Analisis Struktur Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i> dengan XRD	102
5.4	Analisis Mikrostruktur Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i> dengan SEM	106
5.5	Sifat Termal Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i>	109
5.6	Sifat Fisis (<i>Densitas, Porositas, konduktivitas listrik</i> dan <i>thermal expansion coefficient</i>) Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i>	111
5.7	Sifat mekanik (<i>hardness</i> dan <i>bending strength</i>) Keramik Refraktori <i>Cordierite-Periclase</i>	116
	DAFTAR PUSTAKA	119
	GLOSARIUM	147

-oo0oo-

BAB I: SILIKA SEKAM PADI

(Rice Husk Silica)

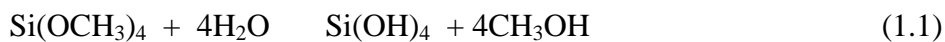
1.1. Pendahuluan

Dewasa ini perkembangan teknologi material semakin pesat seiring dengan kebutuhan akan bahan dengan sifat-sifat tertentu. Material yang berkembang saat ini seperti komposit, keramik dan polimer merupakan material alternatif pengganti logam secara konvensional, karena kemampuannya yang mudah di desain dan kelebihan yang dimilikinya sesuai dengan kebutuhan seperti kekuatan, tahan korosi, dan ringan. Untuk mensintesis berbagai material sesuai dengan yang diinginkan didasarkan beberapa faktor penting yakni sifat dari material yang dibentuk, ukuran dan hasil akhir yang diinginkan dan tentu saja biaya yang diperlukan. Dalam lingkup pemanfaatan bahan alam sebagai sumber bahan baku keramik, sekam padi merupakan salah satu residu pertanian yang terdapat dalam jumlah melimpah di berbagai daerah di Indonesia. Meskipun terdapat dalam jumlah melimpah, hingga dewasa ini belum tersebar secara meluas dan dimanfaatkan secara maksimal dan bernilai ekonomis tinggi. Salah satu material penting dalam pembuatan material keramik adalah silika, sehingga pencaharian sumber silika menjadi salah satu aspek penting. Banyak material yang terdapat di sekitar kita, dan telah menjadi bagian dari cara berpikir bahkan telah menyatu dengan kehidupan manusia. Apakah makna bahan atau material itu?. Material merupakan bagian dari alam semesta, secara terperinci material adalah benda dengan sifat-sifatnya yang khas dapat dimanfaatkan dalam bangunan, mesin, peralatan atau produk, seperti, logam, keramik, semikonduktor, polimer, gelas, serat, kayu, pasir, batu, komposit dan lain-lain. Pada dasarnya material mempunyai beberapa sifat yang diklasifikasikan menjadi sifat mekanik, sifat fisik dan sifat kimia. Salah satu sifat fisik ditunjukkan berdasarkan sifat kelistrikan material yang dapat dibedakan menjadi 3 macam, yakni: konduktor, isolator dan semikonduktor.

Silika merupakan material yang sangat penting dalam kehidupan manusia karena perannya yang besar mulai dari teknologi sederhana hingga tinggi dalam perkembangan ilmu pengetahuan maupun industri. Secara alami, silika terdapat dalam bentuk sebagai kuarsa, pasir dan pasir lempung, yang dapat dimodifikasi dalam bentuk gel, kristal dan amorphous. Senyawa ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk beragam industri mulai dari produk sederhana dengan teknologi tradisional seperti peralatan rumah tangga, beragam seni, hingga produk teknologi

tinggi (*advanced material*) seperti industri mobil, elektronik sebagai bahan isolator listrik dan panas. Seiring dengan pertumbuhan penduduk dan perkembangan berbagai industri seperti gelas, keramik dan elektronik mengakibatkan meningkatnya kebutuhan akan bahan baku, dan sering kali tidak mampu lagi dipenuhi dari sumber-sumber yang umum dimanfaatkan. Sangatlah penting untuk mendapatkan bahan baku terutama yang jumlahnya melimpah baik melalui penelitian tentang karakteristik bahan baku baik skala ukuran mikro maupun nano serta penggunaan teknologi untuk mempelajari perilaku sifat fisis seperti termal, listrik, dan mekanik agar dapat diolah/disintesis sebagai bahan berdaya guna dalam mengatasi kekurangan bahan baku di masa akan datang.

Secara komersial, sumber silika dapat diperoleh dari mineral sintesis yakni tetra etil ortho silikat (TEOS) dan tetra metil ortho silikat (TMOS). Sebagai contoh, prekursor/*raw materials* yang digunakan untuk pembuatan silika gel adalah senyawa silikon alkoksida yaitu TMOS atau TEOS dihidrolisis ditambah sejumlah tertentu pelarut organik seperti metanol atau etanol. Hidrolisis berlanjut dengan pembentukan gugus silanol Si-OH sebagai intermediet. Gugus silanol ini kemudian terkondensasi membentuk gugus siloksan, Si-O-Si. Reaksi hidrolisis dan kondensasi ini terus berlanjut sehingga viskositas larutan meningkat sehingga terbentuk gel melalui reaksi berikut:



Salah satu kendala terkait dengan prekursor tersebut adalah harganya yang sangat mahal, sehingga pencarian sumber lain yang lebih ekonomis masih sangat relevan. Dalam konteks pengembangan teknologi, pemanfaatan silika sekam padi mempunyai potensi yang sangat besar karena selain didukung oleh harga sekam yang sangat murah, juga didukung oleh beberapa alasan praktis lain. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, silika sekam padi diketahui mempunyai struktur orto silikat (Kalapathy dkk., 2000), yang memiliki kesamaan karakteristik dengan silikat yang terdapat dalam TEOS/TMOS sehingga material berbasis silika dapat disintesis dengan menggunakan silika dari sekam padi.

1.2. Sekam Padi

Padi merupakan kebutuhan pokok bagi penduduk negara-negara Asia, terutama Indonesia. Tanaman ini dapat tumbuh dengan mudah di daerah tropis maupun bercurah hujan tinggi dan jumlah produksi yang meningkat sebesar 500 miliar ton/tahun (Hwang dkk., 2009), padi dan sekam padi sebagai sisa penggilingan seperti yang disajikan pada Gambar 1.1a dan b. Berdasarkan hasil penggilingan, diperoleh jumlah sekam sekitar 20-30%, dedak 8-12% dan beras

50-63,5 %. Sekam padi memiliki beberapa sifat spesifik yaitu densitas 1125 kg/m^3 dengan nilai kalori sekam sebesar 3300 kkalori/kg, permukaan kasar, nilai gizi rendah serta kandungan abu yang cukup tinggi (Ismunadji, 1988). Sekam padi adalah bagian kulit terluar atau lapisan keras (Gambar 1.1b) pembungkus kariopsis (butiran padi), terdiri dari dua belahan lemma dan palea yang saling bertautan. Kulit atau lapisan tersebut, terlepas dan terpisah ketika proses penggilingan dan menghasilkan sekitar 20% sekam padi sebagai produk sisa atau bahan limbah.



Gambar 1.1. Tanaman Padi (a) dan Sekam Padi (b)

Berkaitan dengan pembuatan keramik berbasis silika, beberapa aspek penting yang perlu mendapat perhatian adalah tingkat kemurnian dengan sifat yang sama, dan menggunakan teknologi sederhana. Dikaitkan dengan silika mineral sebagai sumber silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi, sangat diperlukan teknologi tinggi dengan biaya relatif tinggi. Untuk memperoleh silika murni dari sumber silika mineral, proses yang digunakan adalah metode peleburan yang memerlukan suhu yang sangat tinggi, sehingga membutuhkan biaya produksi sangat tinggi. Selain itu, silika mineral mempunyai pengotor yang sangat beragam yang sulit untuk dipisahkan sebelum pengolahan untuk mendapatkan silika. Karakteristik lain dari silika mineral terdapat dalam bentuk campuran logam oksida, sehingga tidak homogen yang sangat diperlukan dalam produksi keramik. Beberapa kelemahan yang dipaparkan di atas, perlu upaya untuk mendapatkan silika dari sumber lain, terutama bahan nabati dari tumbuhan/tanaman. Dari berbagai jenis tumbuhan, selain jumlahnya yang sangat melimpah dan kebaruannya sekam padi mempunyai komposisi kimia yang cukup menarik untuk dimanfaatkan. Dari berbagai informasi dan penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa sekam padi adalah salah satu yang diketahui

mengandung silika dengan kadar yang cukup tinggi. Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa dalam sekam padi terkandung komponen organik dan anorganik dengan kadar yang berbeda beda (Della, dkk., 2002, Daifullah, dkk, 2003). Sekam padi banyak mengandung beberapa senyawa berupa lignin dan chetin, selulosa, hemiselulosa, senyawa nitrogen, lipida, vitamin B dan asam organik dan secara lengkap disajikan pada Tabel 1.1.

Tabel 1.1. Komponen Sekam Padi (Ismunadji, 1988)

Komponen	Berat (%)	
H ₂ O	2,40	11,35
<i>Crude Protein</i>	1,70	7,26
<i>Crude Fat</i>	0,38	2,98
Ekstrak Nitrogen Bebas	24,70	38,79
<i>Crude Fiber</i>	31,7	49,92
Abu	13,16	29,04
Hemiselulosa	16,94	21,95
Selulosa	34,34	43,80
Lignin	21,40	46,97

Berdasarkan Tabel 1.1, *crude protein*, *crude fat*, dan *crude fiber* yang terkandung dalam sekam padi sangat dibutuhkan oleh ternak ruminasia sebagai sumber pati, lemak dan serat. Menurut Lasheva dkk., (2009), hemiselulosa dan selulosa pada sekam padi tidak berbeda dengan kayu ataupun material tumbuhan lainnya, sehingga sekam padi dapat menghantarkan panas secara merata sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar pembuatan batu bata merah, briket arang sekam dan matrik resin pada komposit. Sekam padi juga digunakan sebagai bahan alternatif pembuat pupuk organik terkait dengan kandungan ekstra nitrogen bebasnya yang dapat memperbaiki struktur tanah. Selanjutnya, kandungan abu pada sekam padi adalah silika dalam jumlah besar. Selain silika, terdapat komponen-komponen yang terkandung dalam abu sekam padi seperti, K₂O sebesar 2,50 %, Na₂O sebesar 1,75%, CaO sebesar 1,50 %, MgO sebesar 1,96 %, Fe₂O₃ sebesar 0,54 %, P₂O₅ sebesar 2,84%, SO₃ sebesar 1,13 % dan Cl sebesar 0,42 % (Lasheva dkk., 2009). Berdasarkan penelitian lainnya (Ismail, dkk., 1996) menunjukkan bahwa komposisi kimia dari sekam padi didominasi silika (Tabel 1.2).

Tabel 1.2. Komposisi kimiawi dari sekam padi hasil pengabuan (wt%) (Ismail, dkk., 1996)

Komposisi Oksida-oksida Logam	(wt%)
SiO ₂	80
Al ₂ O ₃	3.39
Fe ₂ O ₃	0.41
CaO	3.84
Na ₂ O	0.67
SO ₃	0.78
MgO	0.25
K ₂ O	1,42

Dikaitkan dengan upaya pencaharian sumber silika tersebut, sekam padi salah satu bahan baku memiliki potensi yang layak didasarkan pada tiga faktor pendukung yakni, (i) ketersediaan sekam padi, (ii) kadar silika dalam sekam dan (iii) kemudahan perolehan silika dari sekam padi. Ketersediaan sekam padi tercermin dari Indonesia sebagai negara agraris yang jumlahnya melimpah, dan khususnya di Propinsi Lampung, produksi padi berkisar 3 juta ton/tahun, diperkirakan dihasilkan sekam sekitar 600.000 ton/tahun, yakni sekitar 20% dari berat padi yang dihasilkan (Badan Pusat Statistik, Lampung, 2012), dengan kadar silika cukup tinggi, yakni 16-20% berat dari sekam padi (Daifullah, dkk., 2004, Hamdan, dkk., 1997, Yalcin dan Sevinc, 2001). Silika dari sekam padi memiliki beberapa sifat yang sangat diperlukan sebagai bahan baku untuk keramik seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.3. Menurut penelitian yang dilakukan sebelumnya (Della, dkk., 2002) menyimpulkan bahwa sekam padi terdiri dari komponen organik dan anorganik (Tabel 1.4), dengan kandungan utama yaitu 33-40 %wt selulosa, 19-47 %wt lignin, dan 17-26 %wt hemiselulosa. Komponen penting yang berkaitan sebagai bahan baku dalam pembuatan keramik adalah abu, dimana dalam abu terdapat 94.6% silika, (Daifullah, dkk., 2003). Silika (SiO₂) mempunyai ciri-ciri secara fisis dan kimia yakni, berbentuk padatan atau serbuk yang halus, berwarna putih, titik didih dan cair tinggi, serta daya tahan yang tinggi terhadap asam dan basa, serta tidak larut dalam air (Katsuki, dkk., 2005).

Tabel 1.3. Karakteristik fisika, mekanika, termal, dan sifat elektrik silika amorph dan silika kristal (Sigit dan Jetty, 2001)

Parameter	Satuan	Silika amorph	Silika Kristal
Densitas	g/cm ³	2,65	2,2
Konduktivitas termal	W/mK	1,3	1,4
Koefisienekspansi termal	K ⁻¹	12,3.10 ⁻⁶	0,4.10 ⁻⁶
Kekuatan tarik	MPa	55	110
Kekuatan desak	MPa	2070	690 – 1380
Rasio Poisson's		0,17	0,165
Kekuatan retak	MPa	-	0,79
Modulus elastisitas	MPa	70	73
Daya tahan kejut termal		Baik sekali	Baik sekali
Permitivitas ()		3,8 – 5,4	3,8
Faktor kehilangan ()		0,0015	-
Kekuatanbidang dielektrik	kV/mm m	15,0 – 25,0 10 ¹² - 10 ¹⁶	15,0 – 40,0 > 10 ¹⁸
Resistifitas			

Tabel 1.4. Komponen utama dalam sekam padi (Daifullah, dkk., 2004)

Komponen	Kandungan (% berat)
Kadar air	9.0
Protein kasar	3.0
Lemak	1.1
Serat kasar	32.6
Abu	20.3
Karbohidrat kasar	13.7
Karbon (zat arang)	20.3

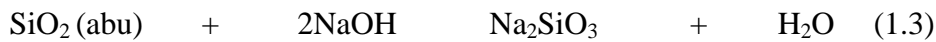
1.3. Metode Perolehan Silika dari Sekam Padi

Metode yang dapat dilakukan untuk memperoleh silika dari sekam padi adalah dengan metode alkalis dan pengabuan. Kedua metode tersebut, relatif sederhana dan biaya murah dibandingkan dengan silika mineral. Secara umum, metode alkalis didasarkan pada sifat kelarutan silika yang tinggi dalam basa, dan pengendapan silika terlarut dalam asam, sehingga silika dapat diperoleh dalam bentuk sol. Sementara dengan metode pengabuan didasarkan pada karakteristik

tingkat pembentukan kristalinitas silika melalui proses pembakaran pada suhu yang terkontrol (*thermal treatment*).

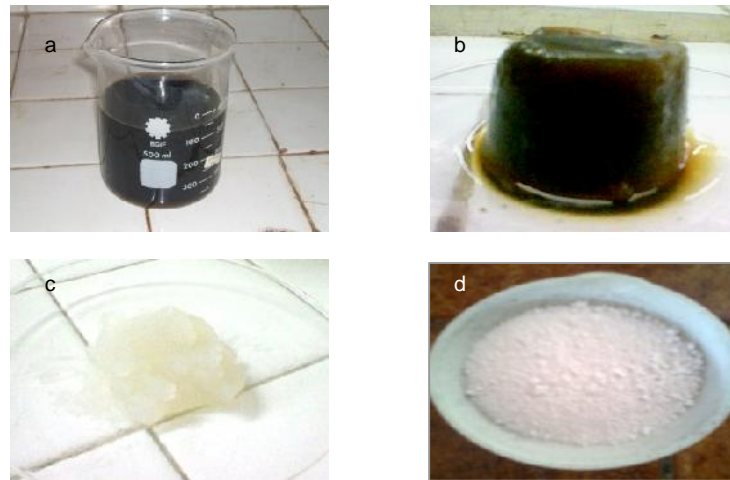
1.3.1. Metode Ekstraksi (alkalis)

Metode alkalis telah dilakukan (Daifullah, dkk., 2003, Daifullah, dkk., 2004, Cheng dan Chang, 1991; Riveros dan Garza, 1986, Amutha, 2010, dan Faizul, dkk., 2013), yang didasarkan pada kelarutan silika yang tinggi dalam larutan alkalis dan pengendapan silika terlarut dalam asam yang bersifat amorph dan reaktif. Silika yang diperoleh dengan metode alkalis menunjukkan silika dalam bentuk sol sehingga dapat langsung digunakan dalam pembuatan keramik dengan metode sol-gel. Penelitian lain yang sebelumnya (Umeda dan Kondoh, 2008) telah melakukan ekstraksi dengan asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl) dan asam nitrat (HNO_3). Disamping tidak berbahaya terhadap manusia, dengan metode alkalis dapat melepaskan logam dan zat organik yang ada di dalamnya sehingga tingkat kemurnian relatif tinggi. Mengekstrak silika dari sekam padi dapat dilakukan dengan langkah reaksi melalui metode konvensional, dimana silika direndam dalam soda api (NaOH) yang menghasilkan natrium silika (Na_2SiO_3). Sebagai contoh, untuk memperoleh silika, abu sekam padi direndam dalam larutan NaOH dan membentuk natrium silika dengan reaksi sebagai berikut:



Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan dengan menggunakan asam untuk memperoleh silika dan menunjukkan tingkat kemurnian yang diperoleh relatif tinggi dengan pengotor organik maupun anorganik lebih kecil dengan menggunakan 3% (v/v) HCl dan 10% H_2SO_4 (Umeda and Kondoh, 2010, Umeda and Kondoh, 2008), 2.4 molar HCl dan 3.6 molar H_2SO_4 (Umeda and Kondoh, 2009). Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan mengadopsi metode ekstraksi (Nurhayati, 2006; dan Ebdiyanti, 2007), yakni sebanyak 50 gram sekam padi direndam dalam larutan 500 ml KOH 5%. Kemudian dipanaskan selama 30 menit mendidih sambil diaduk-aduk. Selanjutnya larutan didiamkan selama 24 jam, lalu disaring dan sol yang mengandung silika terlarut ditampung dalam tabung reaksi. Untuk mengendapkan silika, ke dalam sol ditambahkan larutan HCl sedikit demi sedikit secara bertahap hingga pembentukan endapan silika (silika gel) berhenti. Endapan yang terbentuk (gel), selanjutnya dipisahkan dan dicuci dengan aquades panas hingga berwarna putih. Silika gel yang diperoleh dari perlakuan ini selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu $110^\circ C$ selama waktu

tertentu untuk menghilangkan kandungan air dan menjadi serbuk berwarna putih (Gambar 1.2).



Gambar 1.2. Silika hasil ekstraksi (a) silika sol, (b) dan (c) gel silika, (d) serbuk silika setelah dikalsinasi (Sembiring, 2007)

Tabel 1.5. Komposisi kimiawi dari sekam padi hasil ekstraksi (*wt%*) (Della, *et.al.*, 2002)

Komposisi Oksida-oksida Logam	Sekam padi (<i>wt%</i>) Hasil ekstraksi
SiO ₂	99.06
Al ₂ O ₃	0.50
Fe ₂ O ₃	0.01
CaO	0.06
Na ₂ O	-
P ₂ O ₅	0.03
MnO	0.02
TiO ₂	-
MgO	-
K ₂ O	-

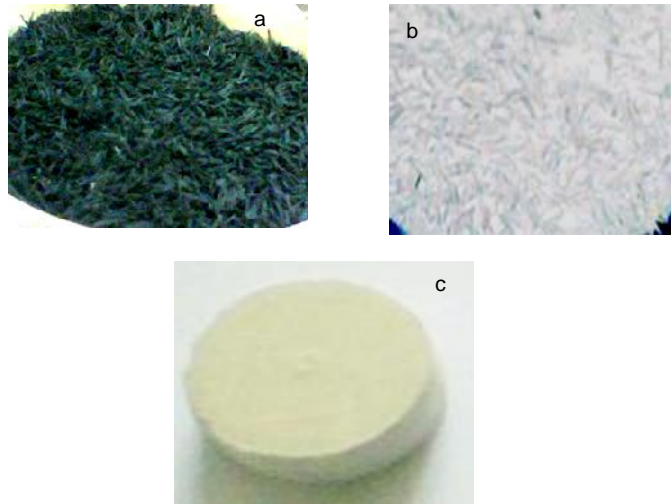
Pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan metode alkalis (Cheng dan Chang, 1991; Riveros dan Garza, 1986), diperoleh silika sekam padi dalam bentuk amorph dengan menggunakan larutan KOH 5% pada pH optimum 7 atau

bersifat netral dan diendapkan dalam larutan HCl 10% dengan kemurnian relatif tinggi. Selain KOH dan HCl, silika dapat diperoleh dengan larutan alkalis seperti, natrium hidroksil (NH_4OH), natrium hidroksida (NaOH) dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam sulfat (H_2SO_4), asam sitrat dan asam oksalat. Berdasarkan hasil penelitian dengan menggunakan metode alkalis di atas (Tabel 1.5), menunjukkan bahwa sekam padi didominasi oleh silika, sehingga sangat berpotensi untuk digunakan sebagai bahan baku untuk berbagai keperluan seperti adsorben, katalis, filter maupun keramik.

1.3.2. Metode Pengabuan

Metode pengabuan telah dilakukan peneliti sebelumnya (Natarajan, dkk, 1998, Kalaphaty, dkk., 2000, Della, dkk, 2002, Ramli dan Bahruji, 2003), yang didasarkan pada perubahan tingkat pembentukan kristalinitas silika melalui proses pembakaran dengan suhu terkontrol. Silika yang diperoleh adalah silika dalam bentuk padat, sehingga dapat langsung digunakan dengan metode padatan (*solid reaction*). Pembakaran sekam padi akan menghasilkan 14-20% abu, dengan kandungan silika dalam bentuk kristal sebanyak 80-95% dan sejumlah minor elemen-elemen logam (Umeda dan Kondoh, 2008), dan dengan mengontrol temperatur dan waktu pembakaran, silika amorph dengan ukuran halus dan reaktif tinggi dapat dihasilkan. Sintesis silika dari sekam padi dengan metode pengabuan (Sembiring, 2007), yakni dengan mencuci sekam padi terlebih dahulu agar terbebas dari impuritas pengotor. Sekam padi yang sudah bersih selanjutnya dikeringkan dengan cara menjemurnya di bawah sinar matahari atau dapat dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 190 °C. Selanjutnya sekam diarang dengan cara dioven pada suhu 300 °C selama 30 menit. Proses selanjutnya arang sekam padi dioven pada suhu 600 °C selama 1 jam agar menjadi abu. Untuk mendapatkan silika dari abu sekam padi, selanjutnya dilakukan proses pemurnian yaitu dengan metode pengasaman menggunakan HCl pekat. Proses pemurniannya dilakukan dengan cara memasukkan abu sekam padi ke dalam gelas piala dan dibasahi dengan aquades panas. Selanjutnya campuran ditambahkan larutan HCl pekat dan diuapkan sampai kering. Proses tersebut diulangi sampai dengan tiga kali pengulangan. Selanjutnya, ke dalam gelas piala ditambahkan aquades dan sedikit HCl pekat kembali dan selanjutnya dipanaskan di atas pemanas air selama 5 menit. Campuran tersebut kemudian disaring dengan kertas saring dan dicuci 4 sampai 5 kali dengan aquades panas. Hasil dari penyaringan adalah residu padat. Residu beserta kertas saringnya dipanaskan mula-mula pada suhu 300 °C selama 30 menit hingga kertas saring menjadi arang. Kemudian dilanjutkan dengan memanaskan pada suhu 600 °C hingga yang tersisa hanya endapan silika (SiO_2) berwarna putih. Dengan metode pengabuan diperoleh silika padatan, yang berwarna putih dengan mengontrol suhu pembakaran seperti

yang disajikan pada Gambar 1.3. Kedua metode menunjukkan hasil yang berbeda, yakni (i) metode alkalis dapat diperoleh silika dalam bentuk sol, sehingga dapat langsung digunakan dalam pembuatan keramik dengan metode sol-gel, ((ii) metode pengabuan silika yang diperoleh langsung dalam bentuk padatan, (iii) berat silika yang diperoleh dari kedua metode adalah sebanyak 10,2 gr dari 50 gr sekam padi, atau 20,4%.



Gambar 1.3. Silika hasil pengabuan pada suhu (a) 300 °C, (b)600 °C dan(c) serbuk silika (Sembiring, 2007)

Tabel 1.6. Komposisi kimiawi dari sekam padi hasil pengabuan (wt%) (Saiintawong, dkk.,1995)

Komposisi Oksida-oksida Logam	Sekam padi (wt%) Hasil pembakaran
SiO ₂	94.95
Al ₂ O ₃	0.39
Fe ₂ O ₃	0.26
CaO	0.54
Na ₂ O	0.25
P ₂ O ₅	0.94
MnO	0.02
TiO ₂	0.74
MgO	0.90
K ₂ O	0.16

Dengan mengontrol suhu sintering (pembakaran) berkisar 300-700⁰C dapat diperoleh silika padatan dalam fasa amorph (Hsu dan Luh, 1987, Natarajan, dkk., 1998, Ramli dan Bahruji, 2003, Siriliuk dan Yuttapong, 2005, Singh dkk., 2002), namun di atas suhu sintering 700 °C fasa amorph mengalami perubahan membentuk struktur dalam fasa crystoballite dan tridymite yang pembentukannya meningkat seiring dengan kenaikan suhu sintering. Hasil penelitian dengan menggunakan metode pengabuan (Tabel 1.6), menunjukkan bahwa sekam padi didominasi oleh silika.

1.4. Struktur Silika Sekam Padi

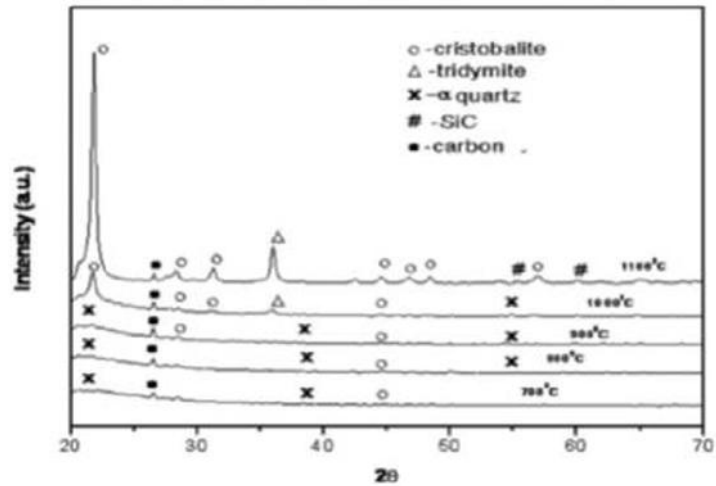
Dikaitkan dengan silika sekam padi sebagai bahan baku pengembangan keramik industri, Sembiring, (2007), telah mengekstrak silika dari sekam padi, dengan metode alkalis menggunakan KOH 5% dan HCl 10%, dan metode pengabuan dengan suhu sintering 300 °C dan 600 °C. Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Sembiring, 2007) dengan energi dispersi spektrometri (EDS) menunjukkan kehadiran senyawa seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1.6. Selain itu, dengan meningkatnya tinggi suhu sintering, semakin kecil ukuran pori, yang terjadi dan meningkatnya komponen pembentuk senyawa silika (Tabel 1.7).

Tabel 1.7. Hasil analisis EDS komposisi kimia silika sekam padi dengan variasi suhu sintering (Sembiring, 2007)

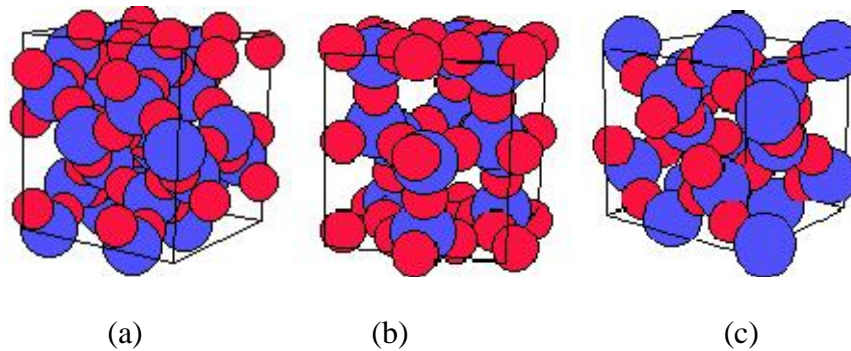
Komposisi Kimia	Sintering (°C)		
	Tanpa sintering	900°C	1100°C
SiO ₂	94,66	95,70	98,85
CaO	0,71	0,47	-
Na ₂ O	1,50	1,39	1,15
K ₂ O	1,01	0,70	-
Al ₂ O ₃	1,56	1,37	-
MgO	0,56	0.30	-
(Total %)	100%	100%	100%

Dengan menggunakan metode difraksi sinar x (XRD), silika yang disintering pada suhu 600 °C dan 700 °C seperti yang disajikan pada Gambar 1.4. Gambar 1.4 menunjukkan bahwa terbentuk dalam fasa amorph dan sintering pada 900 dan 1000 °C silika mengalami perubahan dari fasa amorph menjadi fasa kristalin

yakni tridimit dan kristobalit. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya (Kapur, 1985, Ikram, dan Akhter, 1988), menunjukkan bahwa silika ketika disintering pada suhu 900 °C menunjukkan fasa tridimit dan kristobalit. Struktur SiO₂ terbentuk melalui unit-unit SiO₄ yang saling berikatan melalui atom oksigen pada sudut-sudut tetrahedralnya, dan ikatan ini dapat terbentuk dalam berbagai variasi sudut.



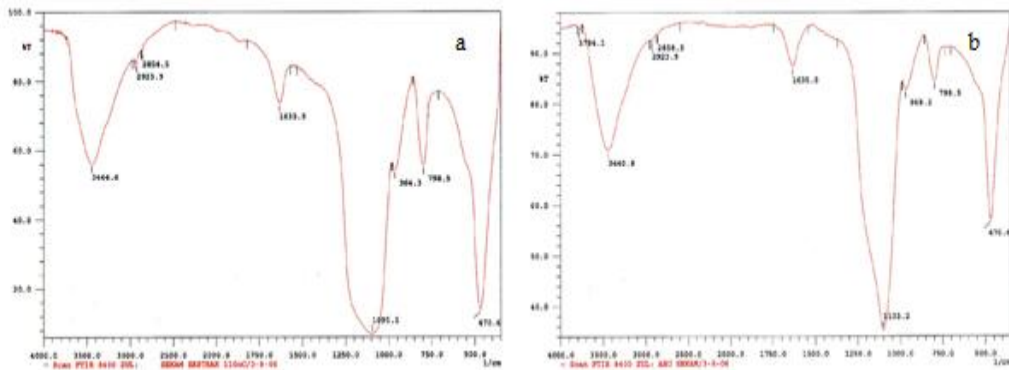
Gambar 1.4. Spektrum XRD silika sekam padi dengan suhu sintering berbeda (Hamdan, dkk., 1997)



Gambar 1.5. Bentuk unit kristal silika (a) kristobalit, (b) tridimit, dan (c) kuarsa (Canham, 2002)

Variasi sudut yang terbentuk sangat memungkinkan terbentuknya struktur kristal yang berbeda-beda pada silika, dan dapat dengan mudah membentuk struktur amorf. Silika memiliki 35 bentuk kristal dengan berbagai kerapatan yang berbeda-

beda yaitu sekitar 17 sampai 43 unit SiO_2 per 100 \AA^3 . Beberapa bentuk kristal silika yaitu: kristabolit, tridimit, dan kuarsa (Canham, 2002). Gambar 1.5 menunjukkan bentuk unit kristal silika. Hasil analisis gugus fungsi dengan sinar infrared (FTIR), karakteristik gugus fungsi silika dari sekam padi ditunjukkan pada Gambar 1.6 a dan b. Hasil analisis silika dengan metode alkalis dan pengabuan menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi, diantaranya puncak dengan bilangan gelombang $3440,8 \text{ cm}^{-1}$ adalah gugus fungsi silika dan gugus silanol (OH), menghasilkan ikatan Si-OH atau silanol yang terjadi akibat interaksi air dengan silika (Dasli, 1985).

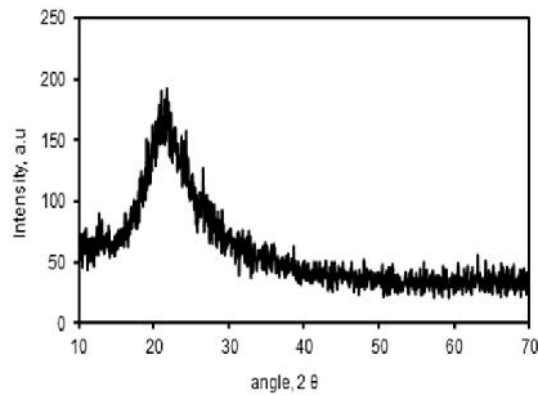


Gambar 1.6. Spektrum FTIR silika dari sekam padi dengan menggunakan metode (a) alkalis (b) pengabuan (Sembiring, 2007)

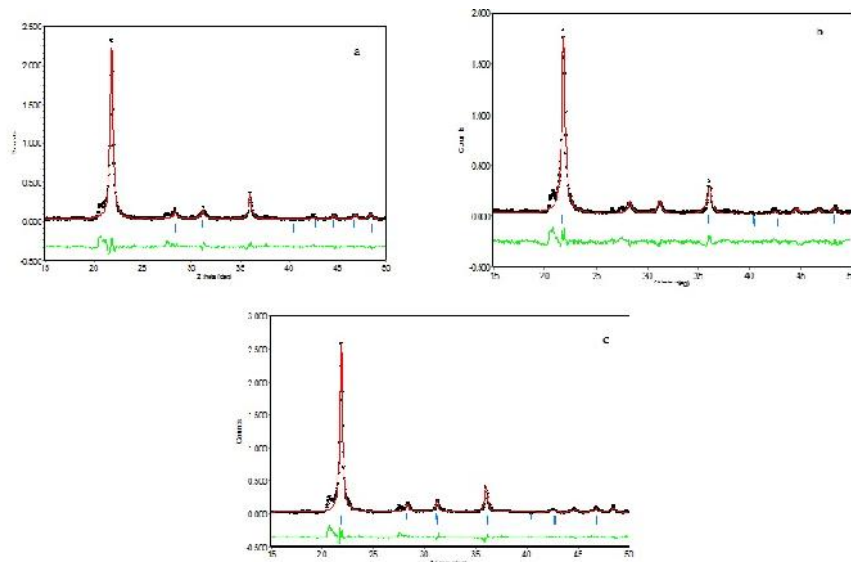
Puncak kedua adalah puncak gelombang $1103,2 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan gugus siloksan, Si-O-Si (Silverstein, dkk., 1986), akibat deformasi Si-O dengan munculnya puncak $470,6 \text{ cm}^{-1}$ dan $798,5$. Selanjutnya, diikuti puncak lain dengan intensitas yang cukup relevan terdapat pada daerah $1635,5 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya ikatan C-O dari hemiselulosa yang terlarut dan diserap silika. Puncak lainnya yang cukup signifikan terdapat pada daerah $968,2 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan Si-O. Hasil analisis kedua metode mengindikasikan bahwa sekam padi mengandung ikatan dengan matrik silika sebagai komponen utama. Dengan adanya gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) mengindikasikan bahwa silika sekam padi mempunyai reaktifitas yang tinggi.

Karakterisasi dengan difraksi sinar-x (sembiring, 2007) menunjukkan bahwa silika sekam padi memiliki struktur amorph, seperti terlihat dari difraktogram yang ditunjukkan dalam Gambar 1.7, dan dengan perlakuan termal terhadap silika sekam padi menunjukkan bahwa sifat amorph tersebut bertahan hingga suhu $750 \text{ }^\circ\text{C}$, sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya (Yalcin dan Sevinc,

2001, Paya, *et.al.*, 2001), dan mulai suhu sintering 850 °C mengalami proses kristalisasi membentuk struktur silika cristoballite dan trydimite (Shinohara and Kohyama, 2004).



Gambar 1.7. XRD silika sekam padi tanpa sintering (Sembiring, 2007).



Gambar 1.8. Plot keluaran hasil *refinement* pola XRD fasa keramik kristobalitsekam padi dengan metode Rietveld pada suhu sintering (a) 900 °C, (b) 1000 °C dan (c) 1100°C (Sembiring dan Karo-Karo, 2007)

Karakteristik tersebut menunjukkan bahwa silika sekam padi memiliki permukaan yang aktif, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan bagi peruntukan yang melibatkan permukaan, maupun sebagai reaktan untuk menghasilkan produk

berbasis silika. Silika yang diperoleh dari sekam padi juga diketahui mempunyai fasa amorph (Yalcin dan Sevinc, 2001) dan diketahui mempunyai struktur orto silikat (Kalapathy dkk., 2000). Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa seiring dengan kenaikan suhu sintering fasa amorph mengalami transformasi menjadi kristal yakni membentuk struktur kristal kristobalit dengan puncak-puncak tertinggi, ($2\theta = 21,9^\circ, 31,2^\circ, \text{ dan } 36,4^\circ$), (Gambar 1.8). Menurut penelitian sebelumnya, perubahan silika amorph menjadi struktur kristal kristobalit dan tridimit.

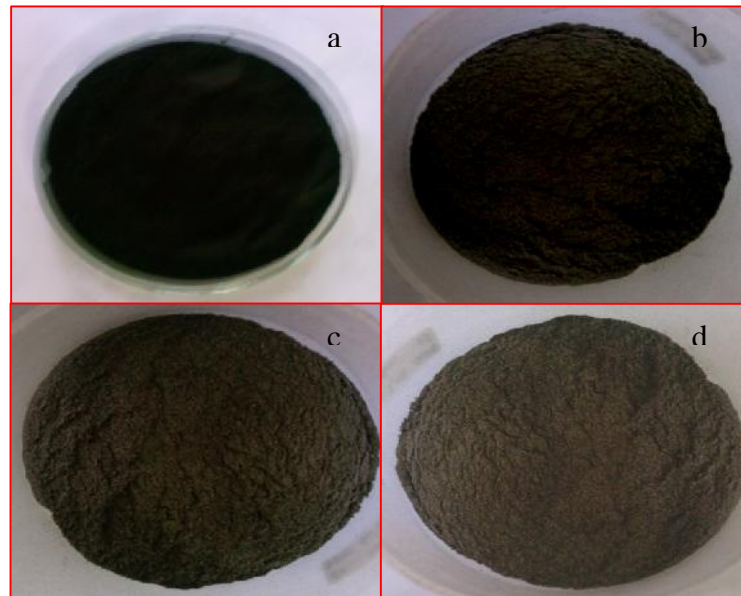
1.5. Pemanfaatan Silika Sekam Padi

Karakteristik silika yang diperoleh sebelumnya, berbagai jenis keramik telah dikenal sejak lama dapat disintesis dengan memanfaatkan silika sebagai komponen utama karena dibutuhkan dalam teknologi tinggi seperti cordierite, borosilikat, dan mullite. Pemanfaatan silika yang begitu luas tidak terlepas dari ketersediaan silika di alam yang berlimpah dengan unsur utama silikon. Silikon (Si) salah satu unsur utama yang terdapat di kerak bumi, dengan bentuk senyawa yang paling banyak ditemukan di alam adalah silika (silikon dioksida), dengan rumus molekul SiO_2 . Silika mempunyai ciri-ciri secara fisis yakni, berbentuk padatan atau serbuk yang halus, berwarna putih, titik didih dan cair tinggi, serta daya tahan yang tinggi terhadap asam dan basa, serta tidak larut dalam air (Katsuki, dkk., 2005). Silika ditemukan di alam dalam bentuk amorph terhidrat, seperti *danbutie* ($\text{CaB}_2\text{Si}_2\text{O}_6$), *olivine* ($(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$), *Albite* ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) dan *enstatite* (MgSiO_3). Ketika silika dipanaskan terus-menerus pada suhu di atas 650°C cenderung mengalami peningkatan kristalinitas membentuk kristal yakni kristobalit, tridimit dan kuarsa (quartz). Berdasarkan karakteristik struktur amorph menunjukkan bahwa silika sekam padi merupakan material berpori, sehingga dapat dimanfaatkan untuk aplikasi yang memerlukan material berpori diantaranya sebagai adsorben (Kumer, dkk., 2001), bahan filter, katalis, adhesive dan silika gel (Adam dan Chua, 2004, Grisdanurak, dkk., 2003, Adam, dkk., 2006). Selain itu, silika amorph dapat bereaksi dengan mudah, pada suhu rendah (Kurama, dan Kurama, 2006), mempercepat proses pemadatan (*densification*) dengan energi aktivasi rendah dengan fasa kristalin dapat diperoleh sifat ketahanan termal dan transparansi optik (Subramanian, dkk., 1993). Beberapa penelitian yang sudah penulis lakukan adalah pembuatan karbosil, aluminosilika dan zeolit.

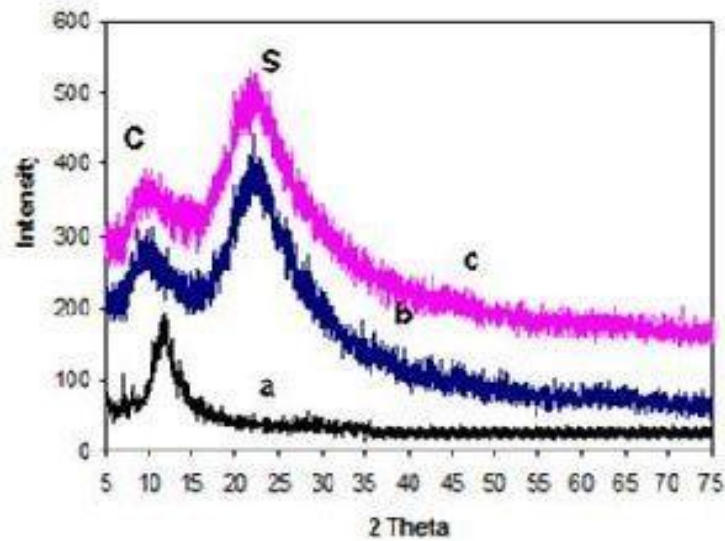
1. Karbosil

Karbosil (silika-karbon) adalah material yang pembentuknya terdiri dari elemen silika dan karbon yang memiliki aplikasi luas dalam bidang industri seperti katalis dan keramik karena memiliki karakteristik diantaranya, modulus

elastisitas tinggi (Zawrah dan Shaw, 2003), tidak abrasif, densitas rendah, dapat diperbaharui (Genieva dkk, 2008), porositas tinggi dan luas permukaan (Genieva dkk, 2008, Puzy dkk, 2001), dan ketahanan panas yang cukup tinggi pada atmosfer udara, nitrogen dan hidrogen (Leboda, 1985). Berdasarkan karakteristik di atas, karbosil dapat dijadikan sebagai material pembuatan keramik seperti silikon karbida (SiC) (Basha dkk, 2005, Krishnarao, dkk., 1998) dan silikon nitrida (Real, dkk, 2004). Selain itu, dapat digunakan sebagai katalis seperti filter (Grover, 1992), agen pengontrol air dari komponen organik (Jain, 1995), dan adsorben ion logam berat (Zulkali dkk, 2006, Skubiszewska, dkk., 2002). Dengan mengadopsi penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan metode pirolisis (Chen, dkk., 2004), Simanjuntak, dkk., (2012), telah mensintesis karbosil dengan pengarangkan sekam padi menggunakan reaktor tertutup (metode pirolisis). Suhu yang digunakan pada pengarangkan sekam adalah 200°C, 400, 500 dan 700°C selama 6 jam. Hasil pengarangkan sekam padi yang diperoleh memiliki warna hitam (Gambar 1.9a-d). Perubahan warna kecoklat-coklatan menjadi hitam mengindikasikan terjadi pembentukan karbon akibat karbonasi pada proses pirolisis.



Gambar 1.9. Hasil pirolisis sekam padi pada suhu (a) 200 °C , (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 700 °C(Simanjuntak, dkk, 2012)



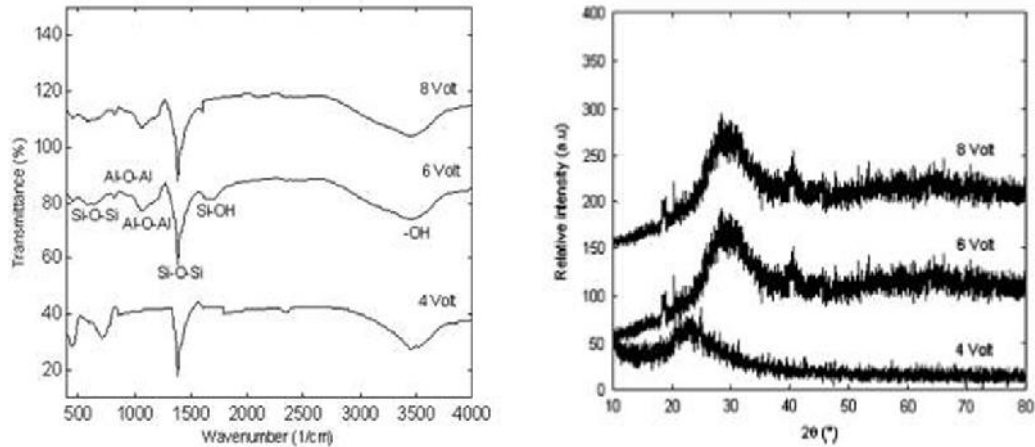
Gambar 1.10. Difraktogram sampel karbosil pada suhu pirolisis(a) 200 °C, (b) 400 °C dan (c) 700°C(Simanjuntak, dkk, 2012)

Fungsionalitas dan struktur karbosil dapat mengalami perubahan akibat suhu pirolisis berbeda. Hasil pengaruh suhu pirolisis terhadap struktur karbosil, sampel dapat dikarakterisasi dengan XRD, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.10. Hasil analisis dengan XRD (Gambar 1.10), menunjukkan kehadiran silika dalam bentuk amorph, dengan sudut puncak $2\theta = 21.6^\circ$ mengindikasikan silika (PDF-27-1615) dan pada sudut puncak $2\theta = 10.6^\circ$ sebagai karbon (PDF-44-0558), yang sama dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya (Pantea, dkk., 2001).

2. *Aluminosilikat*

Aluminosilikat dengan rumus kimia Al_2SiO_5 terdiri dalam komposisi aluminium, silika dan oksigen, dimana ion Si^{+4} ditempati ion Al^{+3} didalam silikat menghasilkan jaringan Al-O-Si. Secara alami, aluminosilikat mempunyai komposisi dan struktur kristal yang berbeda sehingga berbeda karakteristik fisik dan aplikasinya dalam berbagai industri seperti gelas (Gritco, dkk, 2005), keramik (Ye., dkk., 2003), adsorben (El-Safy, dkk, 2011)), fuel sel (Lahl, dkk., 2002), katalis (Varisli, dkk., 2009) dan zeolit (Shevade and Ford, 2004) dengan metode hidrotermal dalam *autoclave*. Simanjuntak, dkk., (2013), telah melakukan penelitian untuk mensintesis aluminosilikat dengan menggunakan silika sekam padi yang telah diperoleh sebelumnya (Sembiring, 2007) dengan mencampurkan alumina yang diperoleh dengan metode elektrokimia. Alumina yang digunakan dalam penelitian ini adalah alumina yang dibuat dengan menggunakan metode

elektrokimia, dengan menghubungkan batang aluminium yang bertindak sebagai elektroda dengan power supply pada reaktor yang berisi 200 ml sol silika. Elektrolisis dilakukan selama 30 menit dengan harapan ion Al^{+3} yang diproduksi terdistribusi ke dalam sol silika. Percobaan dilakukan dengan potensial 4, 6 dan 8 volt. Selanjutnya sampel dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR dan XRD seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.11.



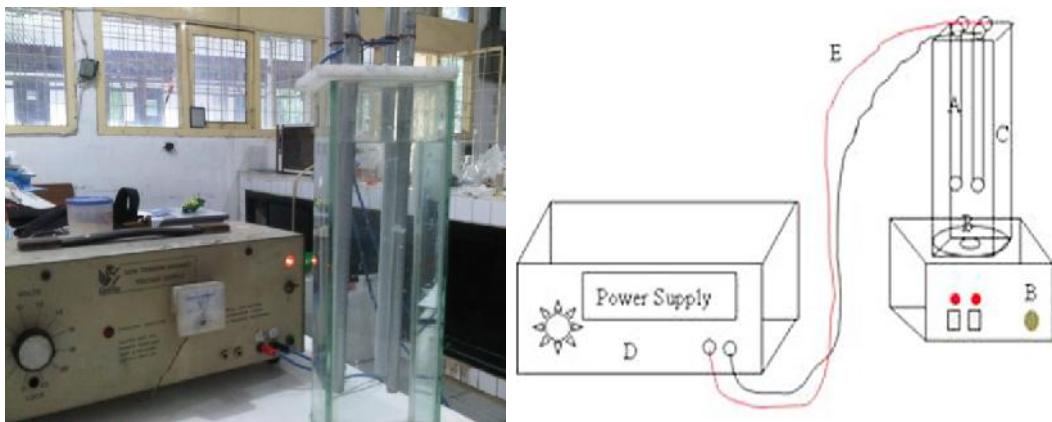
Gambar 1.11. Hasil analisis FTIR dan XRD sampel aluminosilikat pada potensial 4, 6 dan 8 volt (Simanjuntak, dkk., (2013)

Hasil analisis FTIR menunjukkan kehadiran puncak yang jelas pada bilangan gelombang 3454 cm^{-1} , biasanya menunjukkan vibrasi O-H dalam silanol group dan molekul air. Penyebaran air ditunjukkan dengan kehadiran puncak absorpsi pada bilangan gelombang 1647 cm^{-1} (Adam dan Chua, 2004), sebagai akibat vibrasi dari ikatan H-OH. Kehadiran puncak dari O-H karena kehadiran aluminiumhidroksida, $Si(OH)_4$, yang terperangkap dalam air. Dua puncak yang berlokasi pada bilangan gelombang 1383 and 468 cm^{-1} menunjukkan vibrasi dari gugus Si-O-Si, and 803 and 1068 cm^{-1} merupakan vibrasi gugus Al-O-Al, mengindikasikan beberapa dari gugus $Si(OH)_4$ dan aluminium hidroksida mengalami perubahan dan membentuk oksida. Selanjutnya ketiga sampel aluminosilikat dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Karakterisasi ini dilakukan untuk mendapat informasi secara kristalografi penentuan aluminosilikat dan untuk mengetahui apakah sampel dalam fasa amorph maupun kristalin. Hasil analisis sampel aluminosilikat ditunjukkan pada Gambar 1.11. Seperti yang dilihat pada Gambar 1.11, menunjukkan bahwa aluminosilikat dalam fasa amorph, yang ditandai kehadiran puncak yang lebar 2θ (antara $20 - 35,1^\circ$) mengindikasikan fasa amorph silika dan aluminosilikat (Temuujin, 1998).

Hasil XRD sesuai dengan analisis FTIR yang menunjukkan bahwa silika dan Al(III) sebagai hidrogel yang didukung dengan kehadiran hidroksil.

3. Zeolit

Zeolit merupakan material komposit yang pemanfaatannya terus berkembang untuk berbagai aplikasi, antara lain sebagai adsorben (Kamarudin, dkk., 2004), katalis (Prasad dan Pandey, 2012), penukar ion (Bogdanov, dkk., 2009), penyaring molekul (*molecular sieve*) (Grace and Conn, 2013), serta pemurnian dan pemisahan gas (Ackley, dkk., 2003). Dewasa ini, beberapa metode pembuatan zeolit sintetis telah dikembangkan, yang secara garis besar dapat dibedakan menjadi metode hidrotermal dan metode sol-gel (Htun, dkk., 2012, Christidis and Papantoni, 2008). Pembuatan zeolit dengan metode hidrotermal pada dasarnya dilakukan dengan mencampur bahan baku padat dalam suatu pelarut. Campuran kemudian diaduk agar bahan baku dapat tercampur secara merata, kemudian pelarut diuapkan dan padatan dipanaskan. Dalam penelitian ini, zeolit sintetis dibuat dari silika sekam padi dan alumina dengan metode hidrotermal dalam *autoclave*. Selanjutnya dengan mengadopsi penelitian yang telah dilakukan, Simanjuntak, dkk., (2013) dalam pembuatan aluminosilikat dan silika sekam padi yang telah diperoleh sebelumnya (Sembiring, 2007). Elektrolisis dilakukan selama 6 jam dengan potensial 22 volt (Gambar 1.12) dengan menghubungkan batang aluminium yang bertindak sebagai elektroda dengan power supply pada reaktor yang berisi 200 ml sol silika.



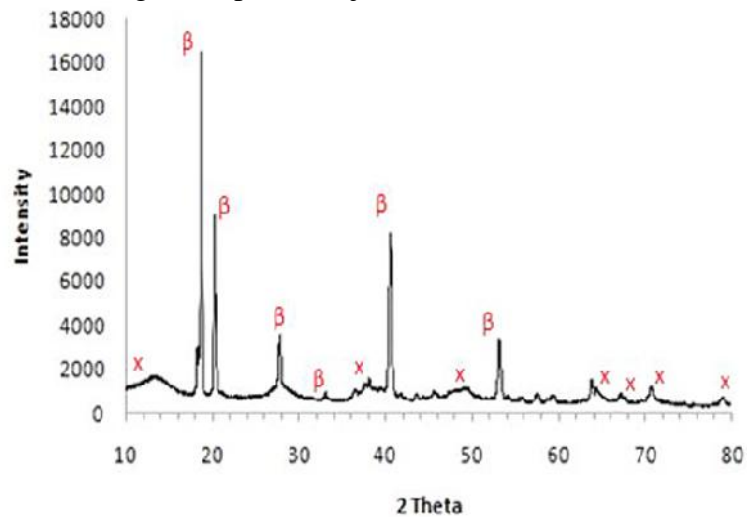
Gambar 1.12. Rangkaian elektrokimia untuk mendapatkan alumina. A = Batang aluminium. B = Pengaduk magnetik. C = Reaktor. D = Catu daya.

Endapan yang diperoleh dikeringkan suhu 100 °C selama 8 jam lalu digerus untuk mendapatkan zeolit dalam bentuk serbuk. Contoh hasil zeolit yang diperoleh dari tahapan ini disajikan dalam Gambar 1.13.



Gambar 1.13. Contoh hasil sintesis zeolit: (a). Hydrogel zeolit , (b). Zeolit serbuk.

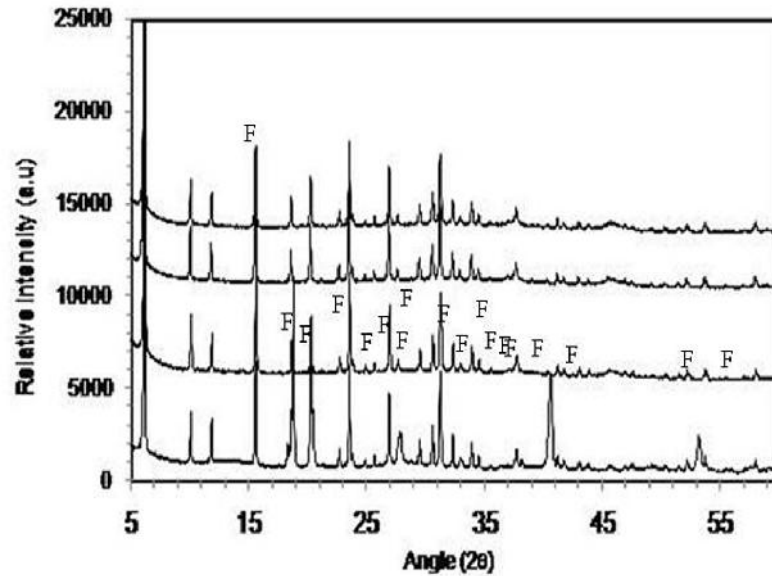
Hasil karakterisasi sampel alumina sebelum sintering menggunakan XRD menghasilkan difraktogram seperti disajikan dalam Gambar 1.14.



Gambar 1.14. Contoh hasil analisis XRD sampel alumina tanpa sintering dengan metode elektrokimia. $\beta = \beta\text{-Al(OH)}_2$ dan $x = \text{AlOOH}$

Dari hasil analisis secara kualitatif diketahui bahwa difraktogram sampel sesuai dengan difraktogram standar untuk fasa (-Al(OH)_3) (PCPDF-12-0457) dan fasa

AlOOH (PCPDF-21-1307), dengan puncak tertinggi masing-masing pada $2\theta = 18,80^\circ$ dan $2\theta = 14,28^\circ$. Pembentukan fasa γ -Al(OH)₃ dan AlOOH dalam sampel melalui reaksi oksidasi logam Al dan ion OH⁻ sebagai hasil reduksi air. Ion Al³⁺ dan ion OH⁻ selanjutnya akan bereaksi membentuk senyawa aluminium hidroksida yakni fasa bayerrite γ -Al(OH)₂ dan Boehmite (AlOOH). Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa zeolit tanpa sintering dan setelah disintering fasa yang terbentuk adalah faujasit (PCPDF-430168) dengan adanya puncak tertinggi pada 2θ sebesar 6,173; 23,552; dan 15,594 (Gambar 1.15).



Gambar 1.15. Contoh hasil analisis XRD sampel zeolit tanpa sintering (a) dan yang disintering pada suhu (b) 350 °C, (c) 450 °C and (d) 550 °C. F = Faujasit