EKSTRAKSI NATRIUM SILIKAT DENGAN NaOH PADA ABU SEKAM PADI DARI LIMBAH PERTANIAN DI KECAMATAN GEDANGAN, JAWA TIMUR, DAN KUANTIFIKASI KADAR SILIKANYA DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI *MOLYBDENUM BLUE*

EXTRACTION OF SODIUM SILICATE WITH NaOH FROM RICE HUSK ASH OF AGRICULTURAL WASTE IN GEDANGAN DISTRICT, EAST JAVA, AND QUANTIFICATION OF ITS SILICA CONTENT USING THE MOLYBDENUM BLUE SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

Kariza Alya Aulia Firdaus dan Amaria*
Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Universitas Negeri Surabaya
Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

** Corresponding author, email: amaria@unesa.ac.id*

Abstrak. *Sekam padi merupakan limbah pertanian yang berpotensi dimanfaatkan sebagai sumber silika karena kandungan silikanya yang tinggi setelah proses pengabuan. Penelitian ini bertujuan menganalisis secara kuantitatif kadar silika pada ekstrak NaOH abu sekam padi dari limbah pertanian di Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, menggunakan metode spektrofotometri molybdenum blue. Sekam padi dicuci, dikeringkan, diabukan pada suhu 700 °C selama 4 jam, kemudian abu yang dihasilkan diayak hingga lolos 200 mesh. Ekstraksi silika dilakukan melalui tahap pengasaman dengan HCl, pengkelatan menggunakan Na_2EDTA, dan pelarutan dengan NaOH 3,5 M melalui refluks selama 1 jam untuk menghasilkan larutan natrium silikat. Penentuan kadar silika dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 810 nm menggunakan kurva standar silika 0,2–1,8 mg/L. Hasil pengabuan menunjukkan rendemen abu rata-rata sebesar 21,18% dengan %RSD 0,72%, yang menunjukkan proses pengabuan berlangsung konsisten. Hasil analisis kadar silika pada ekstrak menunjukkan nilai rata-rata sebesar 1482,30 mg/L pada sampel 1 dan 1133,09 mg/L pada sampel 2. Hasil ini menunjukkan bahwa abu sekam padi dari Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, berpotensi sebagai sumber silika terlarut melalui ekstraksi alkali.*

Kata kunci *:* **abu sekam padi, silika terlarut, natrium silikat, molybdenum biru**

Abstract. *Rice husk is an agricultural waste with potential as a silica source due to its high silica content after ashing. This study aimed to quantitatively determine the silica content in NaOH extract of rice husk ash obtained from agricultural waste in Gedangan District, East Java, using the molybdenum blue spectrophotometric method. The rice husk was washed, dried, ashed at 700 °C for 4 h, and sieved to pass 200 mesh. Silica extraction was carried out through acid leaching with HCl, chelation with Na_2EDTA, and dissolution using 3.5 M NaOH under reflux for 1 h to produce sodium silicate solution. Silica content was determined by UV-Vis spectrophotometry at 810 nm using a silica standard curve of 0.2–1.8 mg/L. The ashing process yielded an average ash yield of 21.18% with 0.72% RSD, indicating good consistency. The silica analysis of the extract showed average values of 1482.30 mg/L for sample 1 and 1133.09 mg/L for sample 2. These results indicate that rice husk ash from Gedangan District, East Java, has potential as a source of dissolved silica through alkaline extraction.*

Key words: rice husk ash, dissolved silica, sodium silicate, molybdenum blue

© 2026 Unesa Journal of Chemistry (UJC). This work is licensed under CC 4.0

PENDAHULUAN

Sekam padi merupakan salah satu limbah pertanian utama yang dihasilkan dalam jumlah besar di daerah sentra produksi padi. Limbah ini umumnya belum dimanfaatkan secara optimal, padahal memiliki potensi sebagai sumber bahan baku berbasis organo-mineral karena mengandung silika dalam jumlah yang cukup tinggi. Beberapa penelitian melaporkan bahwa sekam padi mengandung sekitar 20% silika, sedangkan setelah proses pembakaran kandungan silika dalam abu sekam padi dapat meningkat secara signifikan. Analisis kimia menunjukkan bahwa abu sekam padi sebagian besar tersusun atas silika, dengan kadar yang dilaporkan berkisar antara 72,28 hingga 95%, bergantung pada kondisi pembakaran, perlakuan awal, dan sumber bahan baku yang digunakan [1], [2], [3]. Silika pada sekam padi umumnya berada dalam bentuk amorf, memiliki porositas tinggi, dan gugus permukaan yang reaktif sehingga berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk berbagai aplikasi material anorganik [4]. Namun, sumber-sumber tersebut mencatat bahwa sebagian besar sekam padi dibakar untuk pembangkit listrik daripada diproses untuk ekstraksi silika, yang mendukung klaim bahwa sumber daya ini sebagian besar masih belum dimanfaatkan meskipun memiliki potensi mineral yang sangat baik.

Pembentukan abu sekam padi melalui proses pengabuan menyebabkan terdekomposisinya komponen organik seperti hemiselulosa, selulosa, dan lignin, sehingga menyisakan fraksi mineral yang kaya silika. Dekomposisi termal sekam padi berlangsung secara bertahap, yaitu hemiselulosa pada sekitar 200 °C, selulosa pada 265 °C, dan lignin pada 350–360 °C [2]. Setelah pengabuan, abu sekam padi tidak hanya mengandung silika sebagai komponen utama, tetapi juga sejumlah kecil unsur lain seperti alkali, kalsium, magnesium, kalium, dan besi [5]. Kandungan pengotor tersebut dapat memengaruhi kemurnian silika yang dihasilkan, sehingga diperlukan tahapan ekstraksi dan pemurnian yang sesuai untuk memperoleh silika terlarut yang dapat dianalisis lebih lanjut.

Salah satu pendekatan yang umum digunakan untuk melarutkan silika dari abu sekam padi adalah ekstraksi menggunakan basa kuat, seperti NaOH, yang menghasilkan larutan natrium silikat. Namun laporan penelitian sebelumnya lebih sering melaporkan pada sintesis natrium silikat atau silika presipitat, serta karakterisasi produk akhir menggunakan teknik seperti XRF, XRD, FTIR, dan SEM [3], [6], [7]. Pelaporan mengenai kuantifikasi silika terlarut dalam filtrat natrium silikat hasil ekstraksi masih relatif terbatas. Oleh karena itu, analisis kuantitatif terhadap silika terlarut dalam ekstrak NaOH menjadi penting untuk memberikan informasi yang lebih spesifik mengenai keberhasilan pelarutan silika dari abu sekam padi. Dalam penelitian ini, penentuan kadar silika dilakukan menggunakan metode spektrofotometri *molybdenum blue*, yaitu metode berbasis pembentukan kompleks silikomolibdat yang direduksi menjadi senyawa berwarna biru dan diukur secara spektrofotometri [8]. Metode ini dipilih karena relatif sederhana, sensitif, dan sesuai untuk analisis silika terlarut dalam fase cair [9].

Kajian mengenai abu sekam padi juga menunjukkan bahwa kandungan silika dapat dipengaruhi oleh asal geografis [3], kondisi lingkungan tumbuh, varietas padi, dan perlakuan pascapanen. Oleh sebab itu, data kandungan silika dari suatu wilayah tidak selalu dapat digeneralisasi secara langsung ke wilayah lain. Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, merupakan salah satu wilayah yang menghasilkan limbah pertanian sekam padi, namun pemanfaatannya sebagai sumber silika dan data kuantitatif mengenai silika terlarut hasil ekstraksinya masih belum banyak dilaporkan. Oleh karena itu, penggunaan abu sekam padi dari limbah pertanian Kecamatan Gedangan, Jawa Timur memberikan nilai kebaruan dalam konteks data lokal, sekaligus mendukung pemanfaatan limbah pertanian berbasis potensi wilayah.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini bertujuan untuk menganalisis secara kuantitatif kadar silika pada ekstrak NaOH abu sekam padi dari limbah pertanian di Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, menggunakan metode spektrofotometri *molybdenum blue*. Penelitian ini menggunakan metode *molybdenum blue* sebagai metode analisis yang diterapkan pada filtrat hasil ekstraksi silika. Penelitian sebelumnya umumnya lebih banyak melaporkan sintesis natrium silikat atau silika presipitat serta karakterisasi produk akhir, sedangkan data kuantitatif mengenai silika terlarut dalam filtrat hasil ekstraksi masih relatif terbatas. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi awal mengenai potensi abu sekam padi lokal sebagai sumber silika terlarut, serta menjadi dasar bagi pengembangan

pemanfaatan limbah pertanian menjadi bahan baku bernilai tambah.

METODE PENELITIAN

Bahan

Sekam padi dari limbah pertanian Kecamatan Gedangan Jawa Timur, NaOH p.a (Merck), Na_2EDTA p.a (Merck), larutan standar Si 1000 ppm (Merck), HCl 6 M, HCl 1 M, asam oksalat p.a (Merck), asam tartrat p.a. (Merck), amonium heptamolibdat tetrahidrat p.a (Merck), asam askorbat p.a (Merck).

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Tanur Nabertherm L3/12 Furnaces (3L/1200 ℃), ayakan 200 mesh, pH meter Martini, kompor dengan Magnetic Stirrer IKA, pipet tetes, pipet ukur 1 mL, oven Dlab Tech Ldo-030e, desikator, satu set alat reflux, beaker glass, labu ukur, corong kaca, beaker polietilen, termometer, mortar, alu, gelas ukur, pengaduk magnet, neraca analitik, kertas saring, kertas saring Whatman No. 42, FT-IR PerkinElmer, dan Spektrofotometer UV-Vis 1800 Shimadzu

Prosedur Penelitian

Preparasi dan Pengabuan Sekam Padi

Sekam padi dicuci dengan air panas selama 2 jam untuk menghilangkan kontaminan dan dikeringkan dengan oven pada suhu 105 ℃ selama 3 jam. Sekam padi kemudian dihaluskan dengan mesin giling dan diabukan dengan bantuan tanur. Serbuk halus sekam padi dimasukkan ke dalam cawan porselin lalu diabukan dalam tungku pengabuan (tanur) dengan suhu 700 ℃ selama 4 jam. Abu yang diperoleh diayak dengan ayakan 200 mesh [10]. Rendemen abu sekam padi dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\%\text{Rendemen Abu} = \frac{\text{massa abu (g)}}{\text{massa sekam padi (g)}} \times 100\%$$

Ekstraksi Silika Abu Sekam Padi menjadi Natrium Silikat

Sebanyak 0,5 g abu sekam padi berukuran 200 mesh dimasukkan ke dalam gelas kimia, kemudian ditambahkan 50 mL akuademineral. Sampel diasamkan dengan HCl 6 M hingga pH 1 dan diaduk selama 2 jam menggunakan *stirrer* pada suhu ruang. Campuran kemudian disaring dan residu dicuci dengan akuademineral hingga pH netral.

Residu selanjutnya ditambahkan 20 mL Na_2EDTA 0,1 M dan diaduk selama 1 jam menggunakan *stirrer* pada suhu ruang. Setelah itu, campuran disaring dan residu dicuci kembali dengan akuademineral. Residu hasil perlakuan kemudian diekstraksi menggunakan 30 mL NaOH 3,5 M dan dipanaskan menggunakan refluks selama 1 jam [10]. Campuran hasil ekstraksi disaring, dan filtrat yang diperoleh dikumpulkan sebagai larutan natrium silikat untuk analisis kadar silika.

Karakterisasi FTIR Abu Sekam Padi dan Filtrat Natrium Silikat Abu Sekam Padi

Abu sekam padi dan ekstrak natrium silikat abu sekam padi dianalisis gugus fungsionalnya menggunakan spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR). Sampel abu sekam padi yang telah dikeringkan dan ekstrak natrium silikat hasil ekstraksi dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000–500 cm^{-1}. Spektrum yang diperoleh digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi utama yang terdapat pada sampel, khususnya gugus silanol (Si–OH) dan siloksan (Si–O–Si) pada hasil pengabuan dan ekstraksi. Perbandingan spektrum abu sekam padi dan ekstrak natrium silikat digunakan untuk mengamati perubahan gugus fungsional yang terjadi selama proses ekstraksi silika.

Karakterisasi XRD Filtrat Natrium Silikat Abu Sekam Padi

Filtrat ekstrak natrium silikat abu sekam padi dikeringkan dengan oven pada suhu 200 ℃ selama 12 jam sehingga diperoleh padatan filtrat. Padatan kemudian digerus dan dikarakterisasi dengan XRD. Karakterisasi struktur kristal sampel natrium silikat dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dengan instrumen MiniFlex 300/600 yang dilengkapi detektor D/teX Ultra2. Pengukuran dilakukan pada mode 1D scan dengan geometri θ/2θ. Generator sinar-X dioperasikan pada tegangan 40 kV dan arus 15 mA. Sampel dipindai pada rentang sudut 2θ = 5–60° dengan step width 0,02° dan kecepatan pemindaian 10°/menit. Pengukuran menggunakan Kβ filter, standard sample stage, serta pengaturan slit berupa DS 1,25°, IHS 10 mm, SS open, dan RS 0,3 mm. Pola difraksi yang diperoleh dianalisis berdasarkan posisi puncak, intensitas, dan bentuk pola difraksi

untuk mengidentifikasi karakter kristalin atau amorf dari sampel natrium silikat.

Pembuatan Larutan Standar Silika

Larutan standar silika 20 mg/L dibuat dari larutan standar silika 1000 mg/L dengan cara memipet 2 mL larutan standar ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan hingga tanda batas menggunakan akuademineral. Deret larutan standar dibuat dari larutan standar 20 mg/L dengan konsentrasi 0,2; 0,6; 1,0; 1,4; dan 1,8 mg/L. Masing-masing konsentrasi diperoleh dengan memipet 1, 3, 5, 7, dan 9 mL larutan standar silika 20 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, lalu diencerkan hingga tanda batas menggunakan akuademineral.

Penentuan Kadar Silika dengan Metode *Molybdenum blue*

Penentuan kadar silika dilakukan menggunakan metode *molybdenum blue* berdasarkan pembentukan kompleks silikomolibdat berwarna biru dalam suasana asam. Pengukuran absorbansi dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1800 pada panjang gelombang maksimal (λ_{maks}=810 nm).

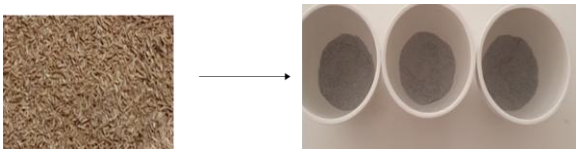
Larutan sampel disiapkan dari ekstrak hasil ekstraksi yang telah diencerkan 4000 kali menggunakan akuademineral agar konsentrasinya berada dalam rentang kurva kalibrasi. Masing-masing larutan standar dan sampel dipipet sebanyak 1 mL, kemudian ditambahkan 10 mL akuademineral dan 10 mL HCl 1 M, lalu diaduk selama 30 menit. Setelah itu, ditambahkan 10 mL etanol absolut dan 10 mL larutan amonium molibdat 5%, kemudian campuran diaduk selama 20 menit. Selanjutnya, ke dalam campuran ditambahkan 10 mL larutan campuran asam oksalat 0,5 M dan asam tartarat 0,5 M serta 5 mL larutan asam askorbat 2%, lalu diaduk kembali selama 20 menit hingga terbentuk warna biru [8].

Setelah reaksi selesai, masing-masing larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas menggunakan akuademineral. Blanko disiapkan dengan prosedur yang sama tanpa penambahan larutan standar silika. Absorbansi larutan standar, blanko, dan sampel kemudian diukur pada panjang gelombang 810 nm. Pengukuran sampel dilakukan sebanyak tiga kali ulangan. Kadar silika ditentukan berdasarkan persamaan regresi linear dari kurva kalibrasi dan dinyatakan dalam mg/L.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Awal Sampel Abu Sekam Padi

Sekam padi merupakan limbah hasil pertanian yang jarang sekali dimanfaatkan padahal pemanfaatannya sebagai sumber mineral memiliki potensi yang sangat baik. Proses preparasi dan pengabuan sekam padi menghasilkan abu berwarna abu-abu dengan tekstur halus dari warna kekuningan seperti pada Gambar 1. Secara visual, karakteristik abu yang diperoleh menunjukkan bahwa sebagian besar komponen organik dalam sekam padi telah terdekomposisi selama proses pengabuan. Sekam padi yang terbakar sempurna berwarna abu-abu hingga putih, sedangkan abu sekam padi yang terbakar sebagian berwarna kehitaman [11]. Laporan lain mendokumentasikan bahwa setelah kalsinasi pada suhu 540°C, abu akhir terdiri dari silika amorf berwarna putih [12].



Gambar 1. Hasil Pengabuan Sekam Padi

Proses pengabuan sekam padi menghasilkan abu dengan rendemen yang relatif seragam pada setiap ulangan. Berdasarkan data hasil pengabuan, diperoleh rendemen abu berturut-turut sebesar 21,16% 21,04; dan 21,34%, dengan rata-rata sebesar 21,18%, simpangan baku 0,15, dan nilai %RSD 0,72%. Nilai %RSD yang rendah menunjukkan bahwa proses pengabuan berlangsung cukup konsisten pada setiap pengulangan. Laporan menunjukkan bahwa pembakaran sekam padi menghasilkan abu sekitar 25% berdasarkan berat [11]; 15,30–24,60% di enam varietas sekam padi [13].

Rendemen abu yang diperoleh menunjukkan fraksi anorganik yang tersisa setelah sebagian besar komponen organik dalam sekam padi terdekomposisi selama proses pembakaran. Pada penelitian ini, pengabuan dilakukan pada suhu 700 °C selama 4 jam, sehingga bahan organik pada sekam padi telah terurai dan menyisakan komponen mineral, terutama silika, sebagai penyusun utama abu sekam padi. Beberapa laporan menggunakan suhu 700 °C selama 2 jam dan memperoleh abu sekam padi yang mengandung 89,85% [14]; dan 97,096% [15].

Tabel 1. %Rendemen Hasil Pengabuan Sekam Padi

Massa sekam sebelum pengabuan (g)	Massa abu (g)	%Rendemen
6,4509	1,3649	21,16
6,4169	1,3500	21,04
6,6503	1,4193	21,34
Rata-rata		21,18
SD		0,15
%RSD		0,72

Hasil ekstraksi silika dari abu sekam padi

Ekstraksi silika dari abu sekam padi dilakukan melalui tahapan pengasaman, pengkelatan, dan pelarutan menggunakan basa. Pada tahap pengasaman dengan HCl 6 M hingga pH 1, pengotor anorganik terutama oksida logam akan terlarut sehingga residu yang diperoleh menjadi lebih murni [16]. Dhaneswara dkk. (2020) menggunakan HCl 1 M [17], sedangkan Azat dkk. (2019) menggunakan HCl 2 M sebelum kalsinasi, keduanya mencapai kemurnian silika yang tinggi (98,2%-99,7%) [18]. Reaksi pelarutan logam mengikuti persamaan berikut:

$$M^{n+} + nCl^- \rightarrow MCl_n$$

Keterangan:
M^{n+} = logam dengan bilangan oksidasi n
MCl_n= logam terlarut

Perlakuan lanjutan menggunakan Na_2EDTA 0,1 M bertujuan untuk mengikat ion-ion logam yang masih tersisa, sehingga dapat meminimalkan gangguan pada tahap ekstraksi dan analisis [19]. Reaksi pengkelatan logam mengikuti persamaan berikut:

$$M^{n+} + H_2Y^{2-} \rightarrow [MY]^{(n-4)-} + 2H^+$$

Keterangan:
M^{n+} = logam dengan bilangan oksidasi n
H_2Y^{2-}= Na_2EDTA
$MY^{(n-4)}$= kompleks terlarut

Setelah perlakuan awal, residu diekstraksi menggunakan NaOH 3,5 M melalui pemanasan dengan refluks selama 1 jam. Pada tahap ini, silika dalam abu sekam padi bereaksi dengan NaOH membentuk larutan natrium silikat yang bersifat larut. Filtrat hasil ekstraksi yang diperoleh berupa larutan berwarna abu-abu kekuningan dengan tekstur cukup kental yang tersaji pada Gambar 2. Karakteristik filtrat ini menunjukkan bahwa sebagian komponen silika dari abu sekam padi telah berhasil diekstraksi ke dalam fase cair. Steven dkk., 2021 mencapai hasil ekstraksi 98% dalam kondisi optimal (ekstraksi 1 jam, rasio alkali terhadap umpan 6 g/g), menghasilkan bio-silika amorf dengan kemurnian melebihi 95% [20]. Dhaneswara dkk., 2020 mengkonfirmasi bahwa refluks dengan konsentrasi NaOH 5-10% berhasil menghasilkan silika amorf dengan kemurnian tinggi [17]. Persamaan reaksi pada proses ekstraksi mengikuti persamaan berikut:

$$SiO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$

Keberhasilan ekstraksi silika sangat dipengaruhi oleh tahapan pemurnian sebelum ekstraksi basa. Hasil volume filtrat ekstrak silika disajikan pada Tabel 2. Penghilangan pengotor logam melalui pengasaman dan pengkelatan penting dilakukan agar silika yang diperoleh memiliki tingkat kemurnian yang lebih baik. Selain itu, penggunaan NaOH sebagai pelarut basa juga berperan dalam mengonversi silika menjadi natrium silikat sehingga dapat dianalisis lebih lanjut dengan metode *molybdenum blue.*



Gambar 2. Hasil Ekstraksi Natrium Silikat Abu Sekam Padi

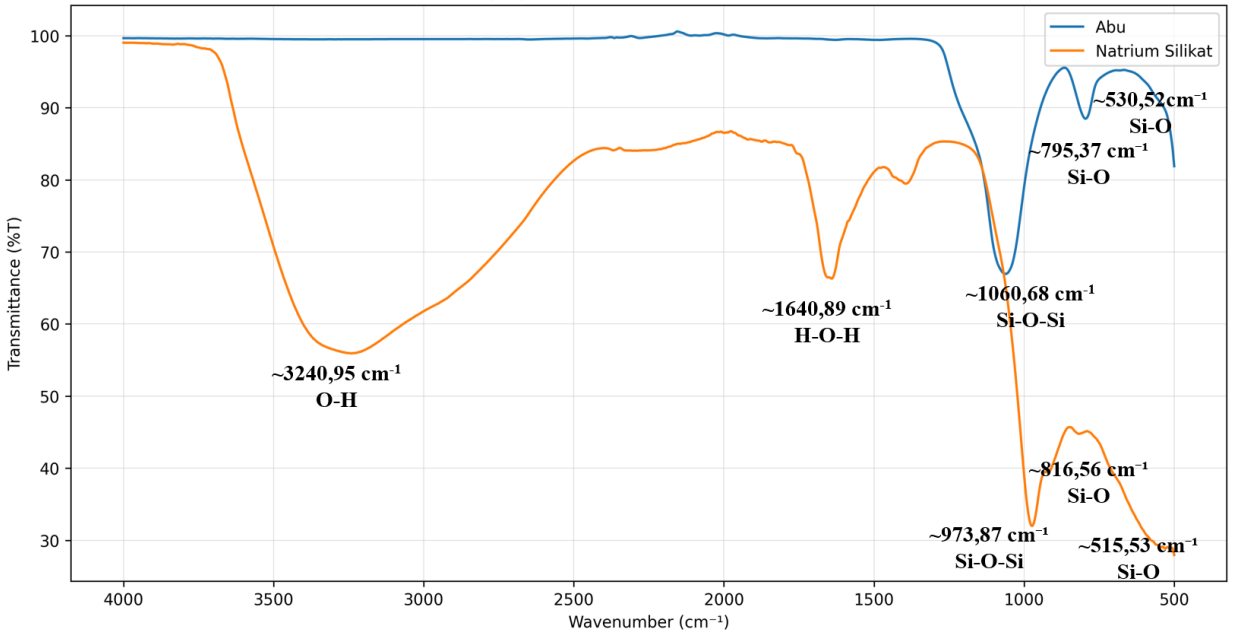
Tabel 2. Volume Hasil Ekstraksi

Sampel	Volume (mL)
1	13,3 mL
2	14,2 mL

Karakterisasi FTIR Abu Sekam Padi dan Filtrat Natrium Silikat Abu Sekam Padi

Identifikasi gugus fungsional dilakukan untuk mengetahui karakteristik abu sekam padi

hasil pengabuan dan ekstrak natrium silikat hasil ekstraksi. Hasil spektrum tersaji pada Gambar 3A untuk spektrum abu sekam padi dan Gambar 3 B untuk gambar spektrum FTIR filtrat ekstrak natrium silikat. Spektrum FTIR digunakan sebagai data pendukung untuk mengamati perubahan gugus fungsi sebelum dan sesudah proses ekstraksi. Perbandingan kedua spektrum tidak dimaksudkan sebagai pencocokan fase secara langsung, melainkan untuk melihat perubahan pita serapan utama yang berhubungan dengan gugus silikat.



Gambar 3. Spektrum FTIR; (Biru) Abu Sekam Padi; (Merah) Ekstrak Natrium Silikat

Spektrum FTIR abu sekam padi menunjukkan pita serapan utama pada 1060,68 cm^{-1} dan 795,37 cm^{-1}. Kedua pita tersebut masing-masing berkaitan dengan vibrasi ulur asimetris Si–O–Si dan vibrasi ulur simetris Si–O [21], [22], yang menunjukkan bahwa silika merupakan komponen anorganik utama pada abu hasil pengabuan. Pola serapan ini berbeda dengan spektrum ekstrak natrium silikat yang memperlihatkan pita lebar pada 3240,95 cm^{-1} serta pita pada 1640,89 cm^{-1} [23]. Kedua pita ini berhubungan dengan vibrasi ulur O–H dan vibrasi tekuk H–O–H, yang mengindikasikan adanya gugus silanol dan/atau air terikat dalam sistem silikat terlarut [24]. Pita serapan pada 973,87 cm^{-1} dan 816,56 cm^{-1} menunjukkan keberadaan spesies silikat, sedangkan pita pada 530,52 cm^{-1} dan 515,53 cm^{-1} dapat dikaitkan dengan vibrasi tekuk atau deformasi kerangka Si–O–Si [25], [26].

Perbandingan kedua spektrum menunjukkan adanya pergeseran pita utama silika dari 1060,68 cm^{-1} pada abu sekam padi menjadi 973,87 cm^{-1} pada ekstrak natrium silikat [27]. Perubahan ini menunjukkan bahwa lingkungan kimia silika telah berubah setelah perlakuan basa. Kondisi tersebut mengindikasikan bahwa sebagian silika padat dalam abu telah terlarut dan berubah menjadi spesies silikat yang lebih larut, sehingga hasil FTIR mendukung terjadinya konversi silika abu sekam padi menjadi natrium silikat selama proses ekstraksi.

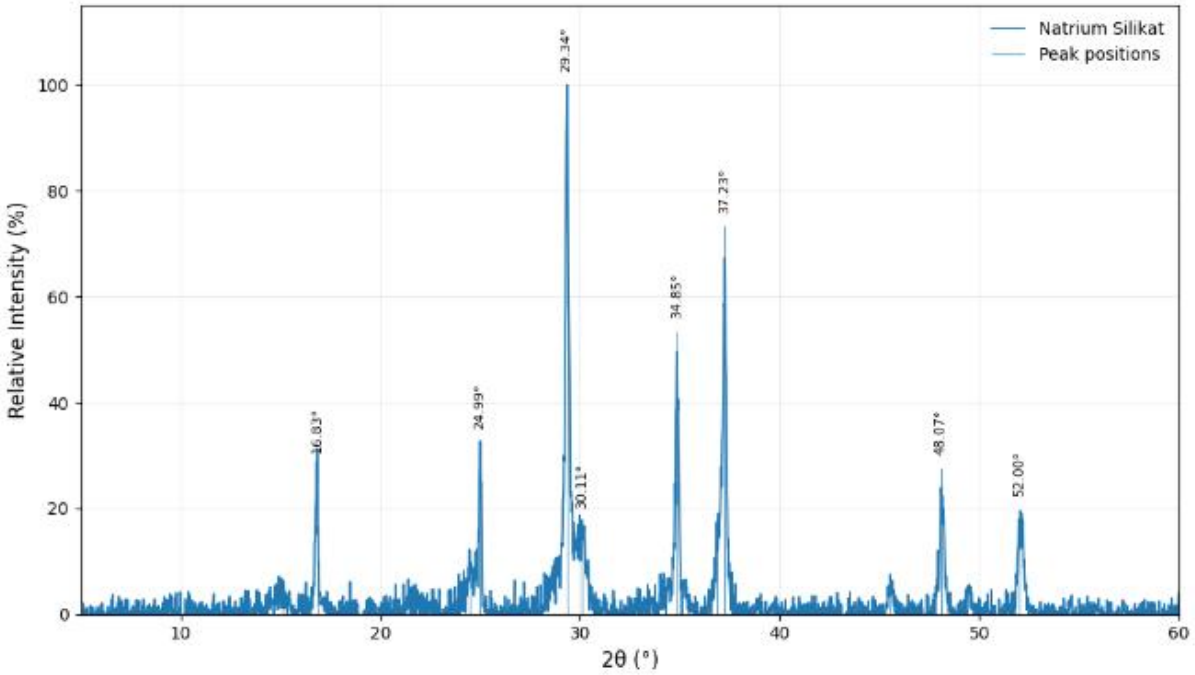
Karakterisasi XRD Filtrat Natrium Silikat Abu Sekam Padi

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan untuk mengetahui karakter struktur kristal pada sampel natrium silikat. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut 2θ = 5–60°. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh pada Gambar 4, sampel natrium silikat menunjukkan beberapa puncak difraksi yang cukup tajam dengan intensitas yang bervariasi. Hal ini menunjukkan bahwa sampel tidak sepenuhnya bersifat amorf, melainkan memiliki keteraturan struktur atau fase kristalin tertentu.

Puncak-puncak difraksi utama yang teridentifikasi pada sampel natrium silikat muncul pada sudut 2θ = 16,83°; 24,99°; 29,34°; 30,11°; 34,85°; 37,23°; 48,07°; dan 52,00°. Puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ =

29,34°, sehingga puncak tersebut dapat dianggap sebagai puncak dominan pada difraktogram sampel. Selain itu, puncak pada 2θ = 34,85° dan 37,23° juga menunjukkan intensitas yang relatif tinggi, yang mengindikasikan adanya fase kristalin yang cukup jelas dalam sampel. Hal ini dapat disebabkan karena filtrat natrium silikat dikeringkan, spesies silikat terlarut dapat berubah menjadi padatan natrium silikat yang lebih teratur atau membentuk garam silikat hidrat. Penetapan fase kristal secara spesifik memerlukan pencocokan lebih lanjut dengan basis data kristalografi seperti JCPDS/ICDD atau analisis struktur yang lebih mendalam. Sehingga, hasil XRD pada penelitian ini digunakan sebagai data pendukung terhadap keberadaan fase kristalin pada padatan hasil pengeringan filtrat natrium silikat, bukan sebagai penetapan fase kristal secara kuantitatif.

Munculnya puncak kristalin pada sampel ini juga didukung oleh penelitian Emmanuel *et al*., yang melakukan sintesis kristal natrium silikat dari abu sekam padi melalui reaksi dengan NaOH pada suhu 90°C. Hasil XRD penelitian tersebut menunjukkan bahwa natrium silikat yang terbentuk cocok dengan fase sodium hydrogen tetraoxosilicate heptahydrate ($Na_2H_2SiO_4 \cdot 7H_2O$), dengan fase natrium silikat hidrat lainnya sebagai komponen pendukung. Hal ini menunjukkan bahwa natrium silikat hasil ekstraksi abu sekam padi memang dapat membentuk fase kristalin, terutama setelah larutan dipanaskan, dikonsentrasikan, atau dikeringkan.



Gambar 4. Difraktogram XRD Filtrat Natrium Silikat Abu Sekam Padi

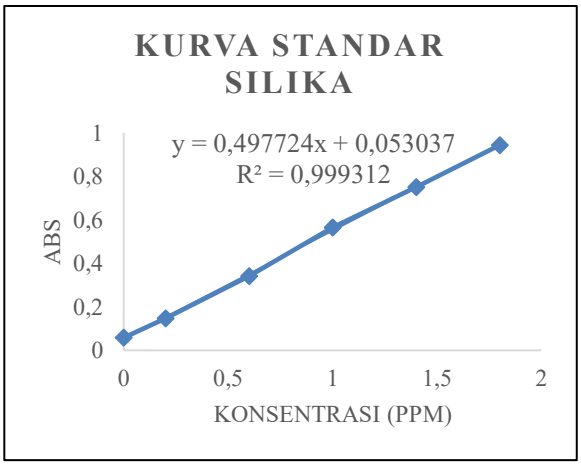
Karakterisasi XRD dari kristal natrium silikat yang disintesis dilaporkan memiliki puncak dominan pada 2θ = 29,31°, hampir identik dengan puncak 29,34° yang diidentifikasi sebagai fase dinatriumtrioksosilikat heptahidrat [28]. Studi ini memberikan penguatan langsung terhadap pola puncak yang diamati. Selain itu, dokumentasi data XRD untuk δ-$Na_2Si_2O_5$, yaitu fase natrium silikat lainnya, mengkonfirmasi bahwa fase natrium silikat kristalin menghasilkan puncak difraksi yang tajam dan terdefinisi dengan baik yang merupakan karakteristik dari struktur teratur [29].

Kurva Kalibrasi Larutan Standar Silika

Penentuan kadar silika dilakukan menggunakan metode *molybdenum blue* melalui penyusunan kurva kalibrasi dari larutan standar silika. Deret standar yang digunakan memiliki konsentrasi 0,2; 0,6; 1,0; 1,4; dan 1,8 mg/L, dengan nilai absorbansi berturut-turut tersaji pada Tabel 3 dan Gambar 5. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi larutan standar diikuti oleh kenaikan nilai absorbansi.

Tabel 3. Absorbansi Kurva Standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,0	0,058
0,2	0,147
0,6	0,342
1,0	0,566
1,4	0,751
1,8	0,944



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Silika

Berdasarkan data tersebut diperoleh persamaan regresi linear, yaitu y = 0,497724x + 0,053037 dengan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,999312. Nilai R^2 yang mendekati 1 menunjukkan bahwa hubungan antara konsentrasi silika dan absorbansi bersifat linear, sehingga kurva kalibrasi yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan kadar silika dalam sampel [8]. Evaluasi pada penelitian ini dilakukan pada parameter presisi dan lineritas.

Linearitas kurva kalibrasi menjadi salah satu indikator bahwa metode *molybdenum blue* yang digunakan memiliki kemampuan yang baik dalam analisis silika pada rentang konsentrasi yang ditetapkan. Persamaan regresi linear yang diperoleh dapat digunakan sebagai dasar untuk menghitung kadar silika dalam ekstrak abu sekam padi [8].

Penentuan konsentrasi silika pada larutan natrium silikat hasil ekstraksi abu sekam padi dilakukan menggunakan metode *molybdenum blue* . Prinsip metode ini didasarkan pada reaksi silikat terlarut dengan ion molibdat dalam suasana asam membentuk kompleks asam silikomolibdat berwarna kuning [8]. Persamaan reaksi pembentukan kompleks asam silikomolibdat mengikuti persamaan berikut:

$$H_4SiO_4+12MoO_4^{2-}+24H^+ \rightarrow H_4SiMo_{12}O_{40}+12H_2O$$

Keterangan:

H_4SiO_4 = asam ortosilikat

MoO_4^{2-} = ion molibdat

$H_4SiMo_{12}O_{40}$= kompleks asam silikomolibdat

Kompleks tersebut dapat terbentuk sebagai isomer α atau β, bergantung pada kondisi keasaman larutan, di mana kondisi asam kuat umumnya mendukung pembentukan bentuk β. Selanjutnya, kompleks silikomolibdat direduksi oleh asam askorbat sehingga terbentuk senyawa heteropoli biru (*molybdenum blue*) yang stabil. Reaksi pembentukan warna biru mengikuti persamaan berikut:

$$H_4SiMo_{12}O_{40}+2C_6H_8O_6 \rightarrow [H_4SiMo_{12}O_{40}]_{red}+2C_6H_6O_6$$

Keterangan:

$H_4SiMo_{12}O_{40}$ = kompleks asam silikomolibdat

$C_6H_8O_6$ = asam askorbat

$[H_4SiMo_{12}O_{40}]_{red}$ = kompleks biru silikomolibdat tereduksi

$C_6H_6O_6$ = asam dehidroaskorbat

Intensitas warna biru yang terbentuk sebanding dengan konsentrasi silika terlarut dalam sampel, sehingga dapat ditentukan secara kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang sekitar 810 nm [8], [30]. Asam oksalat digunakan untuk meminimalkan interferensi, khususnya dari fosfat, serta menekan reaksi samping akibat molibdat berlebih.

Kadar Silika pada Ekstrak Abu Sekam Padi

Berdasarkan hasil analisis yang disajikan pada Tabel 4, kadar silika pada ekstrak abu sekam padi menunjukkan hasil yang berbeda pada masing-masing sampel. Sampel 1 memiliki kadar silika berturut-turut sebesar 1490,24 mg/L; 1477,49 mg/L; dan 1479,16 mg/L, dengan rata-rata sebesar 1482,30 mg/L. Sementara itu, sampel 2 menunjukkan kadar silika sebesar 1108,99 mg/L; 1174,06 mg/L; dan 1116,22 mg/L, dengan rata-rata sebesar 1133,09 mg/L. Hasil tersebut menunjukkan bahwa silika dalam ekstrak abu sekam padi berhasil terdeteksi dan terukur menggunakan metode *molybdenum blue* . Nilai kadar silika yang diperoleh mengindikasikan bahwa abu sekam padi hasil pengabuan dan ekstraksi memiliki potensi sebagai sumber silika terlarut. Keberadaan silika dalam ekstrak ini

berasal dari pelarutan silika amorf dalam abu sekam padi oleh larutan NaOH [31], sehingga membentuk natrium silikat yang kemudian dianalisis secara spektrofotometri.

Tabel 4. Hasil Analisis Kandungan Silika pada Ekstrak Silika Abu Sekam Padi

Sampel	Ulangan 1 (mg/L)	Ulangan 2 (mg/L)	Ulangan 3 (mg/L)	Rata-rata (mg/L)	%Si terlarut
1	1490,24	1477,49	1479,16	1482,30	3,94
2	1108,99	1174,06	1116,22	1133,09	3,21

Hasil tersebut menunjukkan bahwa silika terlarut yang berhasil diperoleh melalui ekstraksi alkali berada pada kisaran 3,21–3,94% terhadap massa abu awal. Nilai rata-rata silika terlarut yang diperoleh 3,58%. Nilai ini menunjukkan bahwa sebagian silika dalam abu sekam padi berhasil larut dalam bentuk natrium silikat setelah perlakuan dengan NaOH. Namun, nilai tersebut tidak merepresentasikan kadar total silika dalam abu sekam padi, melainkan hanya fraksi silika yang berhasil larut dalam filtrat dan terukur menggunakan metode spektrofotometri *molybdenum blue*. Sehingga nilai yang diperoleh dari metode ini lebih rendah dibandingkan dengan laporan yang melaporkan kadar silika dalam abu sekam padi.

Perbedaan kadar silika antara sampel 1 dan sampel 2 diduga dipengaruhi oleh variasi kondisi selama proses ekstraksi, khususnya volume akhir filtrat hasil refluks. Meskipun kedua sampel diekstraksi menggunakan prosedur yang sama, perbedaan volume akhir ekstrak dapat menyebabkan perbedaan konsentrasi silika terlarut yang terukur dalam satuan mg/L. Selain itu, variasi kecil pada hasil ulangan dalam setiap sampel menunjukkan bahwa metode analisis yang digunakan memiliki keterulangan yang cukup baik [32]. Hal ini terlihat dari nilai kadar silika pada tiap ulangan yang tidak menunjukkan selisih yang terlalu besar, sehingga metode *molybdenum blue* dapat digunakan untuk menentukan kadar silika dalam ekstrak abu sekam padi, meskipun kontrol terhadap kondisi ekstraksi tetap diperlukan agar hasil yang diperoleh lebih konsisten.

Berdasarkan hasil perhitungan, sampel 1 menghasilkan kadar silika terlarut sebesar 39,41 mg/g abu atau 3,94%, sedangkan sampel 2 menghasilkan kadar silika terlarut sebesar 32,12 mg/g abu atau 3,21%. Perbedaan ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, antara lain homogenitas abu sekam padi, kontak antara abu dan larutan NaOH selama proses refluks, efisiensi penyaringan, serta volume akhir filtrat yang diperoleh. Volume filtrat pada sampel 1 sebesar 13,3 mL, sedangkan pada sampel 2 sebesar 14,2 mL. Perbedaan volume filtrat tersebut dapat memengaruhi konsentrasi silika terlarut yang terukur dalam larutan hasil ekstraksi.

Secara umum, hasil pada Tabel 4 menunjukkan bahwa abu sekam padi memiliki kandungan silika yang cukup potensial untuk dimanfaatkan lebih lanjut. Nilai kadar silika yang diperoleh pada penelitian ini dapat dijadikan sebagai data awal dalam pengembangan pemanfaatan abu sekam padi sebagai sumber silika untuk berbagai aplikasi material anorganik.

KESIMPULAN

Abu sekam padi dari limbah pertanian di Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, berhasil diekstraksi menggunakan NaOH sehingga menghasilkan larutan natrium silikat yang mengandung silika terlarut dan dapat dianalisis secara kuantitatif dengan metode spektrofotometri *molybdenum blue*. Proses pengabuan sekam padi pada suhu 700 ℃ selama 4 jam menghasilkan rendemen abu rata-rata sebesar 21,18% dengan %RSD 0,72%. Penentuan kadar silika pada ekstrak menunjukkan hasil kadar silika terlarut pada kisaran 1133,09–1482,30 mg/L. Konversi terhadap massa abu awal, kadar Si terlarut yang diperoleh adalah 3,94% pada sampel 1 dan 3,21% pada sampel 2, dengan rata-rata 3,58%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa abu sekam padi dari Kecamatan Gedangan, Jawa Timur, berpotensi dimanfaatkan sebagai sumber silika terlarut. Pengendalian kondisi ekstraksi, khususnya volume akhir filtrat hasil refluks, masih perlu diperhatikan agar diperoleh hasil yang lebih konsisten.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Bakri, “Komponen Kimia Dan Fisik Abu Sekam Padi Sebagai SCM Untuk Pembuatan Komposit Semen,”

PERENNIAL, vol. 5, no. 1, p. 9, 2009, doi: 10.24259/perennial.v5i1.184.

[2] B. Satbaev *et al.*, "Rice Husk Research: From Environmental Pollutant to a Promising Source of Organo-Mineral Raw Materials," *Materials (Basel).*, vol. 14, no. 15, p. 4119, 2021, doi: 10.3390/ma14154119.

[3] V. Sawasdee and N. Pisutpaisal, "Rice Husk Ash Characterization and Utilization as a source of Silica M aterial," 2022.

[4] N. S. M. Zarib, S. A. Abdullah*, and N. H. Jamil, "Extraction Of Silica From Rice Husk Via Acid Leaching Treatment," Cognitive-Crcs, pp. 175–183. doi: 10.15405/epsbs.2019.05.02.16.

[5] A. Rivas, G. Vera, V. Palacios, A. Rigail, and M. H. Cornejo Martínez, "Characterization of Rice Husk and the Crystallization Process of Amorp hous Silica from Rice Husk Ash," in *14 th LACCEI International Multi-Conference for Engineering, Education, and Technology: "Engineering Innovations for Global Sustainability"*, Latin American and Caribbean Consortium of Engineering Institutions, 2016, pp. 1–8. doi: 10.18687/laccei2016.1.1.093.

[6] P. P. Nayak, S. Nandi, and A. K. Datta, "Comparative assessment of chemical treatments on extraction potential of commercial grade silica from rice husk," *Eng. Reports*, vol. 1, no. 2, 2019, doi: 10.1002/eng2.12035.

[7] S. Aprilia *et al.*, "Synthesis of amorphous silica from rice husk ash using the sol–gel method: Effect of alkaline and alkaline concentration," *Mater. Today Proc.*, 2023, doi: 10.1016/j.matpr.2023.02.403.

[8] H. Yang *et al.*, "Molybdenum Blue Photometry Method for The Determination of Colloidal Silica and Soluble Silica in Leaching Solution," *Anal. Methods*, vol. 7, no. 13, pp. 5462–5467, 2015, doi: 10.1111/j.1471-0307.1961.tb00962.x.

[9] D. Wen-jin, "Determination of Available Silica Content in Silicon Fertilizer by Molybdenum Blue Spectrophotometry," *J. Anal. Sci.*, 2015.

[10] R. Djatmiko and A. Amaria, "Modifikasi Silika Gel Sekam Padi Dengan 8-Hidroksiquinolin Sebagai Adsorben Ni(II) Dalam Medium Air," *Unesa J. Chem.*, vol. 1, no. 2, pp. 58–65, 2012.

[11] A. A. Ramezanianpour, "Rice Husk Ash," in *Springer Geochemistry/Mineralogy*, Springer Berlin Heidelberg, 2013, pp. 257–298. doi: 10.1007/978-3-642-36721-2_6.

[12] R. Madrid, C. Nogueira, and F. Margarido, "Production and characterisation of amorphous silica from rice husk waste," 2012.

[13] K. Mansaray and A. Ghaly, "Physical and thermochemical properties of rice husk," *Energy Sources*, 1997, doi: 10.1080/00908319708908904.

[14] N. S. Zainal, M. Zaleha, M. S. Mustapa, N. A. Badarulzaman, M. Masirin, and Z. Salim, "Study of Characteristics of Rice Husk and Silica Obtained from Rice Husk," *Int. J. Chem. Eng. Appl.*, vol. 9, pp. 158–162, Oct. 2018, doi: 10.18178/ijcea.2018.9.5.718.

[15] A. M. Usman, A. Raji, and N. H. Waziri, "Characterisation of Girei Rice Husk Ash for Silica Potential," *IOSR J. Environ. Sci. Toxicol. Food Technol.*, vol. 8, no. 1, pp. 68–71, 2014, doi: 10.9790/2402-08156871.

[16] H. S. Prehatini and A. Amaria, "Pengaruh Penambahan Kitosan pada Silika Abu Sekam Padi Sebagai Adsorben Kitosan-Silika Untuk Menurunkan Ion Pb(II)," *UNESA J. Chem.*, vol. 12, no. 2, pp. 64–72, 2023, doi: https://doi.org/10.26740/ujc.v12n2.p64-72.

[17] D. Dhaneswara, J. F. Fatriansyah, F. Situmorang, and A. N. Haqoh, "Synthesis of Amorphous Silica from Rice Husk Ash: Comparing HCl and CH3COOH Acidification Methods and Various Alkaline Concentrations," *Int. J. Technol.*, 2020, doi: 10.14716/ijtech.v11i1.3335.

[18] S. Azat, Z. Sartova, K. Bekseitova, and K. Askaruly, "Extraction of high-purity silica from rice husk via hydrochloric acid leachingtreatment," *Turkish J. Chem.*, 2019, doi: 10.3906/kim-1903-53.

[19] Y. P. Lestari and A. Amaria, "Effect of Ammonia-Ethanol Mole Ratio on The Silica Nanoparticles Synthesizied for Rhodamine B Dyes Adsorption," *J. Kim. Ris.*, vol. 8, no. 1, pp. 92–104, 2023.

[20] S. Steven, E. Restiawaty, P. Pasymi, and Y. Bindar, "Influences of pretreatment,

extraction variables, and post treatment on bench-scale rice husk black ash (RHBA) processing to bio-silica," *Asia-Pacific J. Chem. Eng.*, 2021, doi: 10.1002/apj.2694.

[21] M. Islam, M. Hossen, M. Asraf, M. Kudrat-E-Zahan, and C. M. Zakaria, "Production and Characterization of Silica from Rice Husk: An Updated Review," *Asian J. Chem. Sci.*, 2024, doi: 10.9734/ajocs/2024/v14i2296.

[22] S. K. Das *et al.*, "Characterization and utilization of rice husk ash (RHA) in fly ash – Blast furnace slag based geopolymer concrete for sustainable future," *Mater. Today Proc.*, vol. 33, pp. 5162–5167, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.02.870.

[23] L. Song, W. Liu, F. Xin, and Y. Li, "Study of adhesion properties and mechanism of sodium silicate binder reinforced with silicate fume," *Int. J. Adhes. Adhes.*, 2021, doi: 10.1016/J.IJADHADH.2021.102820.

[24] M. Yusuf, "Bond Characterization in Cementitious Material Binders Using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy," *Appl. Sci.*, 2023, doi: 10.3390/app13053353.

[25] R. Ellerbrock, M. Stein, and J. Schaller, "Comparing amorphous silica, short-range-ordered silicates and silicic acid species by FTIR," *Sci. Rep.*, vol. 12, no. 1, 2022, doi: 10.1038/s41598-022-15882-4.

[26] X. Yang, P. Roonasi, and A. Holmgren, "A study of sodium silicate in aqueous solution and sorbed by synthetic magnetite using in situ ATR-FTIR spectroscopy," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 328, no. 1, pp. 41–47, 2008, doi: 10.1016/j.jcis.2008.08.061.

[27] S. Supiyani, H. Agusnar, P. Sugita, and I. Nainggolan, "Preparation of sodium silicate to synthesize silica with polymerization Si(OH)4 from rice husk (INPARI 64, Deli Serdang)," AIP Publishing, p. 30001. doi: 10.1063/5.0114582.

[28] S. Emmanuel *et al.*, "Synthesis of sodium silicate crystals from rice husk ash," *J. Serbian Chem. Soc.*, 2023, doi: 10.2298/jsc221126040e.

[29] V. Kahlenberg *et al.*, "X-ray powder diffraction data for δ-Na2Si2O5," *Powder Diffr.*, 2000, doi: 10.1017/S0885715600011003.

[30] N. N. Okorie, I. M. Momoh, and C. E. Adeeyinwo, "Molybdenum Blue Method Determination of Silicon in Amorphous Silica," *Fascicule*, vol. 3, pp. 2067–3809, 2015.

[31] N. A. Al-Sagheer, G. Aboulfotouh, N. F. Abdelsalam, and F. S. Hashem, "Extraction Of Silicon Oxide From The Partially Dealuminated Metakaolin Residue Of The Kaolin-based Aluminum Sulfate Manufacturing Process," *Egypt. J. Pet.*, vol. 33, no. 4, 2025, doi: 10.62593/2090-2468.1051.

[32] N. L. G. R. Juliasih, D. Hidayat, P. Pirdaus, and R. Rinawati, "Verification of the Determination Method of Dissolved Metal Content using ICP-OES and Its Application for River Water in Bandar Lampung City," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 24, no. 1, pp. 29–36, 2021, doi: 10.14710/jksa.24.1.29-36.