

Effect of Temperature on Rice Husk Ashing and Its Application on Adsorbing Fe and Zn Metal in Patchouli Oil

Ahmad Said, Is Fatimah, Dwiarto Rubiyanto

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jalan Kaliurang KM 14,5, Sleman, Yogyakarta, 55584
E-mail: saidchemist20@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan studi pengaruh temperatur pembuatan adsorben abu sekam padi (ASP) dan aplikasinya pada adsorpsi logam Fe dan Zn dalam minyak nilam. Variasi temperatur pengabuan dilakukan pada 300, 500, dan 700°C selama 2 jam. Variasi temperatur pengabuan bertujuan mengkarakterisasi adsorben ASP. Karakterisasi yang dilakukan yakni penentuan silika secara gravimetri, diameter pori, morfologi abu dan komposisi unsur dengan teknik SEM/EDS, dan adsorptivitas terhadap metilen biru secara spektrofotometri. Tiga varian ASP diaplikasikan pada pemurnian minyak nilam dengan metode adsorpsi. Rendemen ASP-300, ASP-500, dan ASP-700 yang dihasilkan secara berurutan yaitu 35,4%, 25%, dan 16,5%. Kadar silikanya sebesar 43,12%, 72,12% dan 87,7%. Adsorptivitas terhadap MB diperoleh 1,1616 mg/g, 0,7507 mg/g, dan 0,4128 mg/g. Diameter pori rata-rata antara 4,4 – 6,8 µm. ASP mampu memurnikan minyak nilam dengan metode adsorpsi. Warna, bobot jenis, indeks bias, dan kadar logam Fe serta Zn pasca adsorpsi telah memenuhi standar mutu minyak nilam SNI. ASP-700 adalah adsorben paling baik dibandingkan ASP-500 dan ASP-300 dalam pemurnian minyak nilam.

Kata kunci: *temperatur, abu sekam padi, minyak nilam, adsorpsi*

ABSTRACT

Effects of various temperature on rice husk ash (RHA) adsorbent burning and its application on adsorbing Fe and Zn metal in patchouli oil have been conducted. Ashing temperature varied at 300, 500, and 700°C for 2 hours. Various ashing temperature aims to characterize RHA adsorbent. These characterizations are determination of silica gravimetrically and its adsorptivity on methylene blue (MB) spectrophotometrically. Three variants of RHA are applied on patchouli oil purification by adsorption method to reduce Fe and Zn metal. Rendement of RHA-300, RHA-500, and RHA-700 resulted sequentially are 35.4%, 25.0%, and 16.5%. Contents of silica are 43.12%, 72.12% and 87.7%. Adsorptivity on MB yielded as 1.1616 mg/g, 0.7507 mg/g, and 0.4128 mg/g. These indicate that RHA is able to purify patchouli oil using adsorption method. Color, specific gravity, refractive index, and content of Fe and Zn after adsorbing pass standard of patchouli oil quality as for SNI. Adsorptivity of RHA-700 on Fe metal removal i.e. 0.620219 mg/g and 0.00637069 mg/g on Zn metal removal. So, RHA-700 gives maximum result as adsorbent to purify patchouli oil.

Keywords: *temperature, rice husk ash, patchouli oil, adsorption*

Pendahuluan

Sekam padi merupakan produk biomassa yang di dunia pertanian menjadi

material yang tidak digunakan atau limbah.

Sekam padi dapat dihasilkan sebesar 20-30% dari total padi yang digiling (Sipahutar,

2012). Berdasarkan angka sementara GKG tahun 2013, diperkirakan bahwa limbah sekam padi yang dihasilkan pada tahun 2013 sebanyak 14 – 21 juta ton. Sekam padi mengandung beberapa komponen anorganik seperti K, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Sr, Br, As (Omatola, 2009). Menurut Foo dan Hameed (2009), senyawa $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O , CaO , dan MgO ditemukan di dalam sekam padi. Komposisi anorganik dalam sekam padi sangat bergantung pada kondisi geografis, tipe padi, proporsi area irigasi, zat kimia dalam tanah, waktu panen, dan tipe pupuk yang digunakan (Foo dan Hameed, 2009). Komponen-komponen organik di dalam sekam padi terdiri dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin.

Sekam padi mengandung abu sekitar 20% bobotnya. Abu sekam padi memiliki kemampuan sebagai adsorben dalam dunia pengolahan bahan-bahan pencemaran lingkungan (Foo dan Hameed, 2009). Sebagai adsorben, abu sekam padi baru digunakan secara nyata sejak awal tahun 2000. Abu sekam padi telah digunakan untuk mengurangi konsentrasi bahan pencemar lingkungan, senyawa fenol, pewarna metilen biru, logam – logam berat seperti timbal, seng, kadmium, merkuri, krom, dan nikel.

Sifat fisika dan kimia abu sekam padi juga dipengaruhi oleh suhu pembakaran

pembuatan abu sekam padi (Nakbanpote *et al.*, 2000). Dari suhu pembakaran 300-500°C, menurut Nakbanpote *et al* (2000), diameter pori rata-rata, volume pori total, dan luas permukaan BET abu sekam padi mengalami peningkatan. Abu sekam padi yang dinyatakan tidak terkontaminasi mengandung silika (SiO_2) hingga 95%. Sifat fisika ini dapat digunakan untuk proses adsorpsi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan variasi temperatur pembakaran pembuatan abu sekam padi pada 300, 500, dan 700°C untuk melihat sifat karakteristik paling baik dari dari abu sekam padi.

Dengan memanfaatkan sifatnya yang potensial sebagai adsorben, dalam penelitian ini, abu sekam padi (ASP) dijadikan sebagai adsorben untuk mengikat logam Fe dan Zn dalam minyak nilam (*Patchouli oil*). Kedua logam tersebut merupakan logam pengotor dalam minyak nilam yang dapat menurunkan kualitas minyak nilam. Hal ini mengingatkan bahwa minyak nilam merupakan minyak atsiri yang masih menjadi sorotan masyarakat karena baunya yang khas yang disebabkan oleh adanya senyawa *patchouli alcohol* dan *norpatchoulenol*.

Minyak nilam berwarna kuning muda adalah jenis minyak nilam yang dibutuhkan pasar dunia saat ini, sayangnya masih sukar ditemukan di industri penyulingan minyak

nilam. Menurutnya, wadah penyulingan dari stainless steel, kaca, ataupun drum bekas dapat mempengaruhi kualitas minyak nilam terutama kandungan logam seperti Fe yang menyebabkan warna minyak nilam menjadi gelap. Kandungan logam Fe dalam minyak nilam akan mempengaruhi produk turunannya yang menjadikannya minyak nilam sebagai bahan utama ataupun campurannya, seperti pada parfum, kosmetik, dan obat-obatan.

Kandungan logam tidak dikehendaki yang tinggi dapat mempengaruhi sifat fisika dan kimia minyak nilam sehingga belum dapat memenuhi standar SNI perdagangan minyak nilam nomor 06-2385-2006. Untuk mengatasi hal ini, pemurnian minyak nilam dapat dilakukan dengan cara adsorpsi logam menggunakan adsorben abu sekam padi. Foo dan Hameed (2009) menyatakan bahwa metode adsorpsidiperhitungkan sebagai metode menjanjikan karena merupakan teknik yang banyak digunakan untuk proses pengolahan limbah, khususnya di negara-negara berkembang ini, efisien dan ekonomis, serta banyak ketersediaannya.

Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui sifat fisika dan kimia ASP pada variasi temperatur pengabuan.
2. Untuk mengetahui pengaruh ASP bervariasi temperatur pengabuan pada pemurnian minyak nilam melalui penurunan kadar logam Fe dan Zn.

Metode Penelitian

Penelitian ini membutuhkan bahan-bahan seperti: sekam padi, metilen biru (MB), HNO₃ p.a., HCl p.a., HF p.a., HClO₄ p.a., H₂SO₄ p.a., akuades, kertas pH universal, Whatman no. 41.

Alat-alat yang digunakan yakni Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) PERKIN-ELMER 5100, Spektrofotometer UV Vis *Double Beam* U-2010, seperangkat alat gelas dan plastik.

Prosedur Kerja

A. Preparasi Adsorben ASP

Sebanyak 100 gram sekam padi dicuci dengan akuades. Kemudian dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Sekam padi tersebut diabukan dengan *furnace* pada variasi temperatur 300, 500 dan 700°C selama 2 jam yang diberikan nama ASP-300, ASP-500, dan ASP-700 secara berurutan. Lalu, ASP didinginkan di dalam desikator. Kadar abu dihitung sebagai

rendemen abu dari masing-masing suhu pembakaran sekam padi.

B. Karakterisasi Adsorben ASP

Adsorben ASP diuji kadar silikanya secara gravimetri. Sebanyak 0,5 gram masing-masing ASP-300, ASP-500, dan ASP-700 dilarutkan dengan 10 mL akuades di dalam gelas piala. Sebanyak 10 mL HNO₃ p.a. dan 20 mL HClO₄ p.a. ditambahkan ke dalam larutan ASP. Larutan dengan kondisi tertutup kaca arloji dipanaskan selama 15 menit hingga keluar uap putih. Kemudian larutan didinginkan.

Larutan yang sudah dingin ditambahkan dengan 50 mL akuades. Larutan dididihkan, lalu disaring dengan Whatman 41. Kertas saring dan residu dicuci dengan air panas 10 kali, lalu diabukan pada suhu 1000°C selama 30 menit. Kemudian cawan didinginkan di dalam desikator selama 20 menit. Setelah dingin, cawan berisi residu ditimbang dan dicatat sebagai berat A.

Residu dalam cawan dilarutkan dengan sedikit air dan dipindahkan ke dalam krus teflon, kemudian ditambahkan dengan 1-2 tetes H₂SO₄ dan 5 mL HF. Residu diuapkan sampai kering di atas penangas pasir. Residu dalam krus teflon dipindahkan ke cawan, kemudian dipijarkan di dalam furnace pada suhu 1000°C selama 2 menit. Kemudian

residu didinginkan di dalam desikator selama 20 menit. Cawan berisi residu ditimbang dan dicatat sebagai berat B.

Kadar silika dihitung dengan Persamaan (1):

$$\text{Kadar SiO}_2 = \frac{A-B}{C} \times 100\% \quad (1)$$

Dimana:

- A : berat cawan + residu sebelum proses penambahan HF
- B : berat cawan + residu setelah proses penambahan HF
- C : berat sampel

C. Penentuan Serapan ASP terhadap MB (Metilen Biru)

Sebanyak 0,025 gram ASP-300, ASP-500, dan ASP-700 masing-masing dimasukkan ke dalam gelas piala 100mL berbeda yang telah berisi 10 mL larutan MB 3 ppm. Larutan diatur pada pH 3, dikocok selama 10 menit. Kemudian larutan disaring dan filtrat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* (U-2010). Banyaknya MB yang teradsorpsi diukur dengan menghitung adsorbtivitasnya (Persamaan (2)).

$$\text{Adsorbtivitas} = \frac{\text{berat teradsorpsi (mg)}}{\text{berat adsorben (g)}} \quad (2)$$

D. Karakterisasi Minyak Nilam Sebelum dan Sesudah Adsorpsi

Pemurnian minyak nilam dilakukan dengan rasio ASP:minyak nilam = 1:10. Minyak nilam yang telah ditambahkan ASP diaduk selama 10 menit pada suhu ruang, lalu disaring dengan kertas bebas abu. Minyak nilam sebelum dan sesudah diadsorpsi dengan 3 jenis ASP dikarakterisasi sifat fisiknya seperti warna, bobot jenis, dan indeks bias sesuai dengan SNI 06-2385-2006, serta sifat kimianya yakni kadar logam Fe dan Zn spektrofotometri serapan atom dengan destruksi campuran kering dan basah.

Persiapan Larutan Standar Fe

Larutan standar Fe disiapkan dari seri larutan Fe dengan konsentrasi 0 ; 0,5; 1; 2; 3; 5; dan 10 mg/L. Kemudian absorbansi larutan standar diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 248,3 nm. Absorbansi yang telah diperoleh, dibuat kurva kalibrasi. Persamaan linier dan koefisien regresinya ditentukan.

Persiapan Larutan Standar Zn

Pada pengukuran pertama, larutan standar Zn disiapkan dari seri larutan Zn dengan konsentrasi 0; 0,5; 1; 3; dan 5 mg/L. Kemudian absorbansi larutan standar diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 213,9 nm. Absorbansi

yang telah diperoleh, dibuat kurva kalibrasi. Persamaan linier dan koefisien regresinya ditentukan.

Persiapan Sampel

Sebanyak 2,5 gram sampel minyak nilam dimasukkan ke dalam cawan. Kemudian cawan dimasukkan ke dalam *furnace* pada suhu 500°C selama 5 jam, lalu didinginkan di dalam desikator. Residu dilarutkan dengan 2,5 mL aqua regia (HCl:HNO₃= 3:1), lalu dididihkan hingga volume setengah dari volume awal. Sisa larutan didinginkan, lalu disaring. Filtrat diatur pada pH 3 dengan penambahan NH₄OH, lalu dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan akuades. Larutan dibuat duplo dan dianalisis konsentrasi logam Fe dalam minyak nilam dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 248,3 nm dan logam Zn pada panjang gelombang 213,9 nm.

Pembahasan

A. Preparasi Adsorben ASP

Sekam padi dicuci terlebih dahulu dengan akuades untuk menghilangkan zat-zat pengotor anorganik. Secara fisik, sekam padi yang telah dicuci berubah warna menjadi lebih gelap dan lebih keras akibat adanya air yang terserap di dalamnya (Gambar 1). Untuk menghilangkan kadar airnya, sekam

padi dimasukkan ke dalam oven selama 2 jam pada suhu $\pm 105^{\circ}\text{C}$ (Kermani, 2006) hingga beratnya konstan. Pada suhu ini, diharapkan air dapat menguap seluruhnya,

sehingga hanya sekam padi kering yang tersisa. Sekam padi yang telah dikeringkan dalam oven menjadi lebih kasar dan ringan akibat pemanasan.



(a) (b) (c)

Gambar 1. Sekam padi: (a) sebelum dicuci; (b) setelah dicuci; (c) setelah dioven

Adapun kadar abu sekam padi dari masing-masing temperatur pembakaran diperoleh seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Rendemen hasil pengabuan sekam padi pada variasi temperatur

Adsorben	Rendemen (%)
ASP-300	35,4
ASP-500	25,0
ASP-700	16,5

Perbedaan temperatur pembakaran memberikan kadar abu yang berbeda-beda. Kadar abu dapat menyatakan kandungan mineral yang terkandung di dalam materi atau biomassa. Berdasarkan hasil pembuatan abu, semakin tinggi suhu pengabuan, semakin sedikit rendemen abu yang dihasilkannya. Suhu yang tinggi dapat menghancurkan struktur suatu materi,

sehingga bobotnya menjadi lebih ringan dan senyawa-senyawa organik terbakar atau hilang membentuk CO_2 dan H_2O dalam bentuk gas.

Pada suhu pembakaran $300\text{-}700^{\circ}\text{C}$, kadar silika yang diperoleh masih berupa *amorf*. Bentuk silika dalam abu sekam padi tergantung pada suhu dan waktu pembakaran. Suhu pembakaran ideal untuk membentuk

silika *amorf* terjadi pada pembakaran 600-700°C (Zemke, 2009). Di atas suhu 700°C dan pada waktu yang lama akan menghasilkan silika kristal dalam fasa kristobalit atau tridimit.

B. Karakterisasi Adsorben ASP

Karakter adsorben dilihat secara kimiawi dari komposisi senyawa silika yang

terkandung di dalamnya yang ditentukan dengan metode analisis gravimetri. Teknik analisis gravimetri pada penentuan kadar Silika adalah penguapan atau pengeringan yang berprinsip pada penguapan analit, penimbangan matriks, dan penentuan bagian yang hilang.

Tabel 2. Kadar silika pada variasi temperatur pengabuan sekam padi

Adsorben	Kadar Silika (%)
ASP-300	43,12
ASP-500	72,12
ASP-700	87,7

Kadar silika pada abu sekam padi dari ketiga variasi temperatur pengabuan berada di bawah 90% (lihat Tabel 2). Hal ini dimungkinkan bahwa sekam padi yang dianalisis telah terkontaminasi oleh zat pengotor lain.

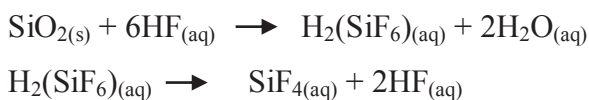
Penentuan silika dengan gravimetri diawali dengan membasahi abu sekam padi (ASP) terlebih dahulu dengan akuades agar siloksan (Si-O-Si) dapat bereaksi dengan asam nitrat dan asam perklorat, sehingga Si dapat terpisahkan dari Al dan meminimalisasi kopresipitasi. Fungsi dari pemanasan adalah untuk mempercepat pemisahan oksida-oksida yang masih terjebak dalam proses pertumbuhan kristal silika, ditandai dengan

keluarnya uap putih. Pemanasan berikutnya setelah penambahan akuades berfungsi untuk melarutkan garam-garam yang terbentuk. Garam-garam yang terbentuk disaring menggunakan kertas saring Whatman no. 41 yang bebas abu yang biasanya digunakan dalam analisis gravimetri. Filtrat yang diperoleh bercampur dengan garam-garam pengotor yang larut di dalamnya, sehingga filtrat yang dihasilkan tidak diperlukan. Residu dan kertas saring yang telah diketahui massanya, dipijarkan di dalam *furnace* pada suhu 1000°C selama 30 menit untuk mengoptimalkan pengendapan (merubah endapan ke dalam bentuk senyawa baru yaitu silika). Kemudian, residu didinginkan di

dalam desikator selama 20 menit agar kandungan uap air hilang diperoleh berat endapan yang stabil yang dicatat sebagai berat A (sebelum proses penambahan HF).

Endapan yang diperoleh dimasukkan ke dalam krus teflon karena agar wadah endapan tidak larut dengan HF yang akan ditambahkan. Bahan-bahan kaca dapat larut dengan asam florida. Kemudian endapan dilarutkan dengan asam florida dan asam sulfat. Setelah dilarutkan dengan asam HF dan H₂SO₄, larutan diuapkan hingga kering di atas penangas pasir. Pasir memiliki daya tahan panas yang lebih tinggi daripada air, sehingga digunakan sebagai penangas dalam penguapan silika yang memiliki titik didih lebih tinggi daripada air, yakni 2230°C.

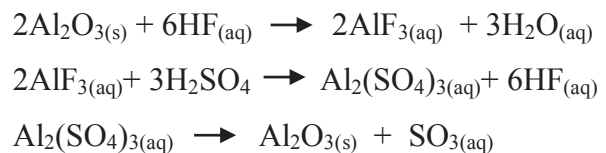
Asam florida adalah asam yang mampu melarutkan dan reaktif terhadap silika paling baik di antara pelarut asam lainnya. Penambahan HF dapat mengubah Silika menjadi bentuk SiF₄ dan menguap (Bakri, 2008). Adapun reaksi yang terjadi yaitu:



Larutan Silika yang telah mengering dipijarkan di dalam *furnace* pada suhu 1000°C selama 2 menit untuk menghitung senyawa yang hilang, yaitu silika. Setelah dipijarkan, residu dimasukkan ke dalam

desikator selama 20 menit agar suhunya stabil dan kandungan uap air hilang, kemudian ditimbang dan dicatat sebagai berat endapan B (setelah proses penambahan HF).

Zat pengotor lain yang tersisa di dalam endapan, seperti alumina, berubah menjadi bentuk floridanya. Setelah bereaksi dengan H₂SO₄ pada suhu 1000°C, pengotor tersebut berubah kembali menjadibentuk oksidanya (Bakri, 2008). Reaksi yang terjadi:



Pengurangan jumlah endapan setelah penambahan HF dengan sebelum penambahan HF merupakan berat silika. Kadar silika dalam ASP dihitung dengan membagi berat silika dalam berat sampel yang dianalisis dalam persen (1/100).

C. Penyerapan ASP terhadap MB

Kemampuan adsorpsi yang tinggi mengindikasikan bahwa adsorben tersebut dapat menyerap adsorbat dengan sangat baik karena adsorbat yang diserapnya sangat banyak. Menurut Foodan Hameed (2009), kapasitas adsorpsi adsorben abu sekam padi terhadap pewarna metilen biru dalam fasa cair adalah 690 mg/g.

Tabel 3. Kapasitas adsorpsi dari tiga varian abu sekam padi

Adsorben	Adsorbtivitas (mg/g)
ASP-300	1,1616
ASP-500	0,7507
ASP-700	0,4128

Secara fisik, metilen biru yang telah diadsorpsi dengan abu sekam padi memberikan perubahan warna atau mengalami dekolorisasi (lihat Tabel 4 dan Gambar 2).

Penentuan adsorbansi ASP terhadap MB diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum karena alat yang digunakan memiliki ketelitian tersendiri dalam pembacaan serapan MB.

Tabel 4. Kejernihan warna metilen biru setelah adsorpsi

Adsorben	Warna Sebelum Adsorpsi	Warna Setelah Adsorpsi
ASP-300	Biru tua	Bening ¹
ASP-500	Biru tua	Bening ²
ASP-700	Biru tua	Bening ³

Keterangan: urutan kejernihan 1>2>3



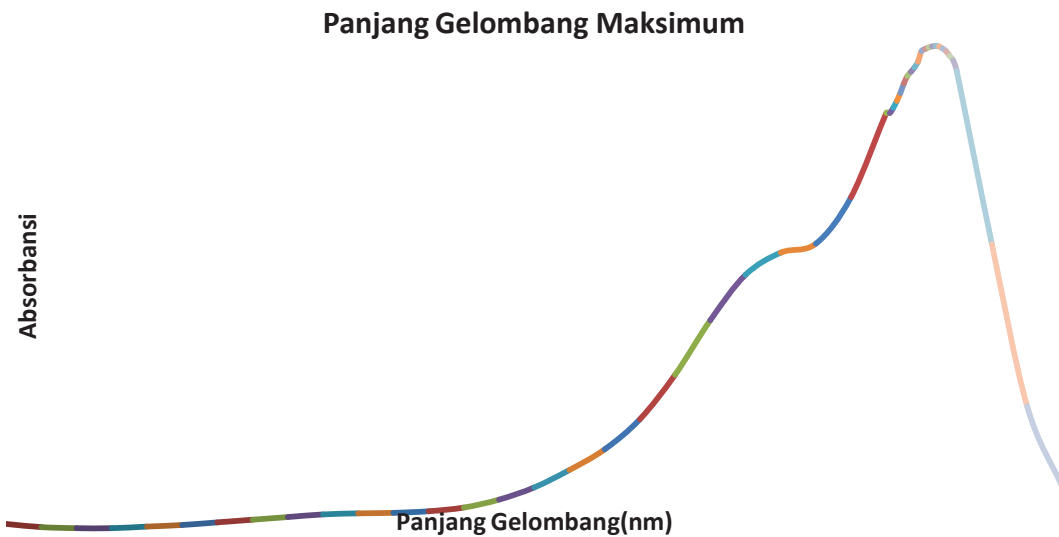
(a) (b)

Gambar 2. (a): Saat adsorpsi metilen biru (dari kiri ke kanan adalah ASP-500, ASP-700, ASP-300); (b): Setelah adsorpsi (dari kiri ke kanan adalah ASP-300, ASP-500, ASP-700, standar)

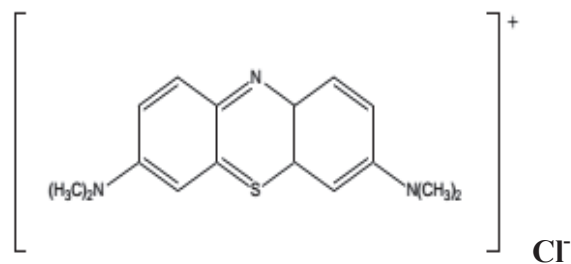
Panjang gelombang maksimum serapan MB yang dianalisis berada pada 664 nm dengan nilai absorbansi 0,934 (lihat Gambar 3).

Panjang gelombang maksimum 664 nm seterusnya digunakan untuk panjang gelombang pada penentuan serapan sampel. Proses adsorpsi oleh adsorben ASP terhadap zat warna metilen biru dipengaruhi oleh

waktu kontak dan pH. Proses adsorpsi dalam penelitian ini dilakukan dengan perlakuan yang optimum, dengan pH 3 dan waktu kontak atau pengocokan selama 10 menit. Kondisi pH yang lebih tinggi dari 3 membuat metilen biru akan membentuk garam yang dapat mengionisasi gugus pergi Cl⁻ dari metilen biru seperti pada Gambar 4.



Gambar 3. Penentuan panjang gelombang maksimum



Gambar 4. Struktur ion metilen biru

Sementara itu, pada waktu yang sama ion OH^- dari ASP akan hadir dan menghambat proses adsorpsi terhadap metilen biru yang berada dalam bentuk ion. Kejadian ini mengakibatkan terjadinya repulsi karena muatan di sekitar permukaan pori-pori adsorben sama dengan muatan pada metilen biru. Akhirnya, metilen biru tidak dapat masuk (terserap) ke dalam pori-pori ASP.

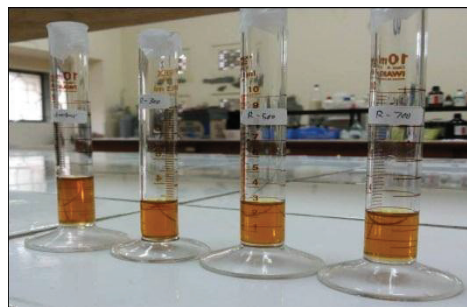
Sebaliknya pada pH rendah, banyaknya ion OH^- dari gugus aktif siloksan dan silanol dari ASP akan mengelilingi permukaan metilen biru dan dapat terikat pada gugus N yang ada pada metilen biru. Keadaan ini

mampu meningkatkan interaksi tarik-menarik antara adsorben ASP dengan metilen biru.

D. Karakterisasi Minyak Nilam Sebelum dan Sesudah Adsorpsi

Pengujian Warna

Pengamatan warna langsung dengan kontak mata pada jarak 30 cm. Warna minyak nilam sesudah adsorpsi telah memenuhi standar mutu SNI tahun 2006, dengan warna pengamatan kuning kecoklatan (Gambar 5). Hal ini menunjukkan bahwa adanya zat pengotor yang terserap oleh ASP hingga warna minyak nilam lebih jernih. Adsorben ASP-700 memberikan warna minyak nilam setelah adsorpsi lebih cerah.



Gambar 5. Minyak nilam sebelum dan sesudah pemurnian (dari kiri ke kanan yaitu awal, ASP-300, ASP-500, dan ASP-700)

Penentuan Bobot Jenis

Prinsip dari penentuan bobot jenis yang dilakukan adalah sebagai perbandingan antara berat jenis air terhadap berat jenis

minyak. Pengukuran berat jenis air dan minyak dilakukan pada suhu yang sama yakni 25°C . Bobot jenis minyak nilam sebelum dan sesudah penjerapan telah

memenuhi standar SNI, dimana ASP-700 berhasil menghilangkan pengotor paling banyak terlihat dari bobot jenis minyak nilam yang paling rendah (lihat Tabel 5).

Penentuan Indeks Bias

Prinsip pengukuran indeks bias ini adalah mengukur secara langsung sudut bias minyak pada kondisi suhu yang tetap. Alat yang digunakan untuk mengukur indeks bias yaitu refraktometer.

Tabel 5. Sifat fisika-kimia minyak nilam hasil pemurnian

Parameter	Hasil Pengamatan				SNI 06-2385-2006
	Awal	ASP-300	ASP-500	ASP-700	
Warna	Kuning kecoklatan Jernih ³	Kuning kecoklatan jernih ³	Kuning kecoklatan jernih ²	Kuning kecoklatan jernih ¹	Kuning muda-coklat kemerahan
Bobot jenis 25°C/25°C	0,996	0,973	0,970	0,967	0,950-0,975
Indeks bias (nD ²⁷)	1,508	1,507	1,507	1,507	1,507-1,515
Kadar Fe (mg/kg)	75,2632	28,7463	20,3335	13,2413	Maks. 25
Kadar Zn (mg/kg)	0,0069	0,0345	-4,6379	-6,3535	-

Keterangan : *) kejernihan 1>2>3

Pengukuran indeks bias diawali dengan pembersihan kaca objek dengan etanol dan dietil eter agar zat-zat pengotor organik yang tersisa dapat hilang. Etanol bersifat mudah menguap pada suhu kamar sehingga digunakan dalam pembersihan. Setelah minyak nilam diletakkan di atas kaca objek, stereo diatur hingga membentuk bayangan gelap di bagian bawah dan terang di bagian atas berposisi horizontal dengan ukuran masing-masing setengah diameter lingkaran dalam.

Indeks bias minyak nilam sebelum dan sesudah pemurnian (Tabel 5) menunjukkan mutu minyak nilam yang baik. Semua

adsorben ASP, baik ASP-300, ASP-500 maupun ASP-700 telah menurunkan indeks bias minyak nilam, yang membuat beberapa zat organik telah hilang, sehingga minyak nilam memiliki kemurnian yang lebih tinggi.

Analisis Kadar Fe dan Zn dengan SSA

Salah satu sifat kimia minyak nilam dilihat dari kadar logamnya, terutama besi (Fe). Minyak nilam yang baik harus mengandung logam Fe maksimal sebesar 25 mg/kg menurut SNI tahun 2006. Sementara itu, BSN (Badan Standardisasi Nasional) belum menetapkan kadar logam Seng (Zn) dalam mutu minyak nilam. Kadar logam Fe

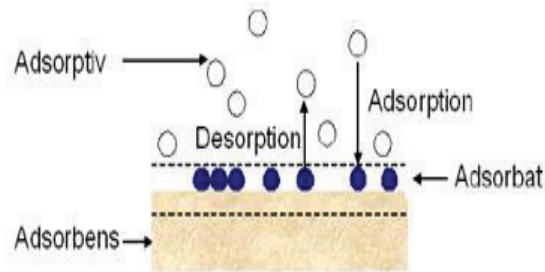
dalam minyak nilam yang ditampilkan pada Tabel 5 menunjukkan bahwa mutu minyak nilam sebelum adsorpsi dengan ASP belum memenuhi SNI, sebaliknya hanya ASP-500 dan ASP-700 yang memenuhi SNI. Nilai ini menghadirkan penurunan kadar logam dalam minyak nilam setelah adsorpsi dengan adsorben ASP.

Kadar logam Fe dan Zn dalam minyak nilam dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Prinsip metode SSA adalah berdasarkan pada adsorpsi cahaya oleh suatu atom (Gandjar, 2010). Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu yang tergantung pada sifat unsurnya. Penyerapan energi radiasi oleh atom-atom dalam keadaan dasar inilah yang menjadi ukuran dalam SSA yang disebut absorbansi. Pengujian kadar logam pada minyak nilam sebelum dan sesudah pemurnian dilakukan dengan cara yang sama. Perbedaannya terletak pada adsorpsi saja.

Preparasi minyak nilam dilakukan dengan preprasi kering dalam tanur pada suhu relatif tinggi hingga terbentuk abu. Kemudian dilanjutkan dengan preparasi basah dengan penambahan asam regia ($\text{HCl}:\text{HNO}_3= 3:1$) untuk memutuskan ikatan antara logam dengan senyawa organiknya dalam minyak nilam, sehingga logam dapat terbaca saat pengujian dengan SSA.

Serapan minyak nilam diukur pada panjang gelombang 248,3 nm untuk pengujian kadar logam Fe dan 213,9 nm untuk logam Zn. Konsentrasi logam Fe dan Zn dihitung dengan metode kurva kalibrasi yaitu dengan memasukkan nilai absorbansinya ke persamaan regresi linier yang dibentuk dari larutan standar Fe dan Zn. Dengan metode kurva standar, kadar Fe dan Zn dalam minyak nilam dapat telah memenuhi standar mutu minyak nilam sesuai SNI (lihat Tabel 5).

Peristiwa berkurangnya konsentrasi logam Fe dan Zn di dalam minyak nilam adalah gejala yang ditimbulkan akibat peristiwa adsorpsi, yang mana sejumlah logam terjerap di permukaan adsorben abu sekam padi. Interaksi antara adsorbat (logam Fe) dengan adsorben (Silika ASP) terjadi karena adanya *gayawan der Waals* dari kedua atom yang bersifat nonpolar. Gaya ini juga disebut dengan gaya dispersi (*London Force*). Terjadinya fisisorpsi ini berlangsung pada temperatur rendah dengan energi adsorpsi yang dilepaskan sekitar 20 kJ/mol. Peristiwa ini dapat dijelaskan pada Gambar 6.

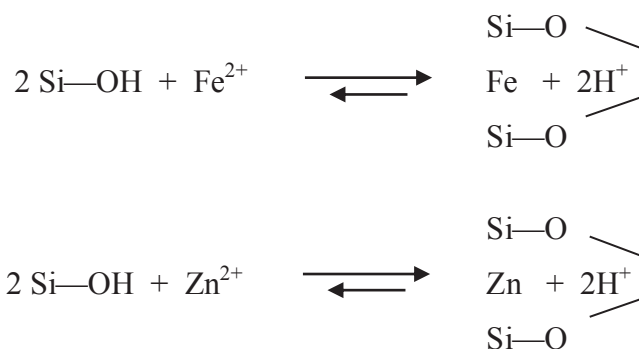


Gambar 6. Proses adsorpsi fisik

Kondisi pirolisis sekam padi menjadi abu sangat mempengaruhi kadar karbon dan silika dalam abu sekam padi. Kondisi pirolisis yang dapat dikontrol yaitu suhu pembakaran dan waktu pembakaran. Semakin tinggi dan semakin lama pirolisis sekam padi, semakin tinggi pula kadar silika yang diperoleh. Sebagaimana terlihat pada Tabel 5, sekam padi yang dibuat pada suhu pirolisis 700°C memiliki kadar silika yang paling tinggi dan didukung dengan besarnya diameter pori yang terbentuk.

Di dalam abu sekam padi terdapat gugus aktif berupa silanol (Si-OH) dan

siloksan (Si-O-Si). Aktivitas kedua gugus ini dipengaruhi oleh kondisi pH larutan. Akan tetapi, kemampuan adsorpsi silika tidak sebanding dengan jumlah gugus aktifnya pada permukaan, melainkan bergantung pada distribusi gugus -OH tiap unit area adsorben. Gugus -OH membuat permukaan adsorben bersifat polar. Akibatnya, ion logam besi dan seng dapat terjerap oleh gugus -OH pada permukaan dengan menghasilkan pertukaran kation sebagai gejala kemisorpsi. Reaksi yang terjadi:



Gambar 7. Reaksi kemisorpsi yang diperkirakan terjadi di dalam permukaan adsorben ASP

Gugus –OH di dalam abu sekam padi yang telah hilang unsur karbonnya, terikat oleh atom Silikon yang berjumlah banyak, sehingga senyawa yang mungkin aktif adalah Si-OH. Pembentukan kompleks koordinasi dari antara gugus –OH dengan ion logam juga dapat dimungkinkan terjadi. Atom Oksigen (O) pada gugus –OH memiliki pasangan elektron bebas, sementara ion logam Fe dan Zn memiliki orbital d yang kosong. Pasangan elektron bebas dari ligan –OH akan menempati ruang orbital d yang masih kosong dari ion logam Fe dan Zn,

sehingga terbentuk suatu senyawa baru yang berikatan kovalen koordinasi.

Kemampuan adsorpsi dari adsorben abu sekam padi dalam menyerap logam Fe dan Zn dalam minyak nilam dapat dinyatakan ke dalam adsorbtivitas. Semakin tinggi adsorbtivitasnya, semakin baik adsorben tersebut digunakan karena mampu menyerap adsorbat dalam jumlah banyak.

Berdasarkan perhitungan, adsorbtivitas ASP terhadap logam Fe dan Zn dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Adsorbtivitas dan efisiensi adsorpsi ASP terhadap logam Fe dan Zn

Adsorben	Adsorbtivitas (mg/g)	
	Logam Fe	Logam Zn
ASP-300	0,465169	-0,0000172414
ASP-500	0,549297	0,004655172
ASP-700	0,620219	0,00637069

Abu sekam padi yang dibuat pada suhu pengabuan atau pirolisis 700°C memberikan nilai adsorbtivitas paling baik dalam mengadsorpsi logam Fe dan Zn. Hal ini dapat memberikan indikasi bahwa semakin tinggi suhu pirolisis sekam padi menjadi abu sekam padi (ASP), semakin tinggi pula kemampuan adsorpsi nya.

Kesimpulan

Hasil penelitian memberikan kesimpulan:

1. Temperatur pembakaran mempengaruhi karakter fisik dan kimia abu sekam padi. Semakin tinggi temperatur pembakarannya, semakin tinggi pula kadar silikanya, namun semakin rendah dan adsorbtivitasnya terhadap metilen biru.
2. Variasi temperatur pengabuan sekam padi juga berpengaruh pada aplikasi penurunan kadar logam Fe dan Zn dalam minyak nilam. Semakin tinggi

temperatur pengabuan sekam padi, semakin tinggi kapasitas adsorbsinya untuk menjerap logam Fe dan Zn dalam minyak nilam.

Sipahutar, D., 2012, *Teknologi Briket Sekam Padi*, Balai Pengkajian Teknologi Riau, Riau.

Zemke, N., dan Woods, E., 2009, *Rice Husk Ash*, California Polytechnic State University, California.

Pustaka

Badan Standardisasi Nasional, 2006, SNI 06-2385-2006, *Minyak Nilam*, Jakarta.

Bakri, 2008, Komponen Kimia dan Fisika Abu Sekam Padi Sebagai SCM untuk Pembuatan Komposit Semen, *Jurnal Perennial*, 5(1) : 9-14.

Foo, K.Y., and Hameed, B.H., 2009, Utilization of Rice Husk Ash as Novel Adsorbent: A Judicious Recycling of The Colloidal Agricultural Waste. *Advanced in Colloid and Interface Science*, 152 : 39-47.

Nakbanpote, W., Thiravetyan, dan Kalambaheti, C. 2000, Proconcentration of gold by rice husk ash, *Mineral. Eng.* 13: 391-400.

Omatola, K.M. dan Onojah, A.D, 2009, Elemental analysis of rice husk ash using x-ray fluorescence technique, *International Journal of Physical Science*. 4(4): 189-193.