

SILIKA BEBAS NATRIUM DARI LIMBAH SEKAM PADI SEBAGAI BAHAN DASAR PEMBUATAN MINERAL TRIOXIDE AGGREGATE

Natrium Free Silica From Rice Husk Waste As a Basic Material for the Making of Agioregate Trioxide Aggregate

Leny Yuliatun^{1*}, Anissa Riyawati², Nuryono¹

¹Departemen Kimia, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, Indonesia

²Pendidikan Kimia, Univeritas Sebelas Maret, Surakarta, Indonesia

*Penulis korespondensi. Email: tunlenny@gmail.com

Abstrak

Salah satu bahan dasar pembuatan White Mineral Trioxide Aggregate (MTA) adalah silika. Sumber silika dapat berasal dari abu sekam padi (ASP) yang berwarna putih dan silika hasil ekstraksi dari ASP. Silika dapat diekstrak dari bahan alam berupa abu sekam padi. Tujuan penelitian ini adalah mengekstraksi silika dari abu sekam padi dan memurnikan silika hasil ekstraksi dengan pencucian menggunakan akuades sampai silika bebas natrium, sehingga bisa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan MTA. Natrium merupakan logam higroskopis yang dapat menyebabkan adanya pori pada material MTA jika diaplikasikan pada gigi. Banyaknya volume pencucian divariasikan sampai volume tertentu yang mengindikasikan silika telah bebas Na. Berdasarkan hasil percobaan dapat disimpulkan bahwa pencucian silika dengan cara pengadukan menggunakan akuades akan menghasilkan silika bebas Na dengan pencucian 450 mL. Hal ini terbukti dengan tidak adanya puncak pada 2θ (30°), serta pembuktian adanya gugus silanol dan siloksan sebelum dan sesudah pencucian dengan spektroskopi FTIR. Selain itu, volume pencucian juga mempengaruhi intensitas puncak $-OH$ pada bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ semakin banyak volume yang digunakan, intensitas gugus $-OH$ semakin meningkat, sehingga air yang terhidrat dalam silika juga semakin banyak. Silika bebas Na akan digunakan sebagai bahan awal pembuatan MTA yang diaplikasikan untuk medikamen gigi atau perawatan saluran akar.

Kata kunci: *ASP, Silika, MTA*

Abstract

One of the basic ingredients of making White Mineral Trioxide Aggregate (MTA) was silica. The sources of silica was from white rice husk ash (RHA) and silica extracted from RHA. Silica could be extracted from natural ingredients in the form of rice husk ash. The purpose of this study were to extract silica from rice husk ash and purify the silica extracted by washing using distilled water to free sodium, so that it could be used as the basic ingredient in making MTA. Sodium was a hygroscopic metal that could cause the presence of pores in MTA material if applied to the teeth. The amount of washing volume varies to a certain volume which indicates that silica was free Na. Based on the results of the experiment it could be concluded that the washing of silica by stirring with distilled water would produce free Na silica by washing 450 mL. This was not proven at peak 2θ (30°), as well as proof of the presence of silanol and siloxane groups before and after washing with FTIR spectroscopy. In addition, the washing volume also affects the intensity of the $-OH$ peak in wave numbers $1635,64\text{ cm}^{-1}$ the more volume used, the intensity of the $-OH$ group increases, so that the water hydrated in silica also increases. Silica free Na would be used as the starting material for making MTA which was applied to teeth medicament or root canal treatment.

Keywords: *RHA, Silica, MTA*

1. PENDAHULUAN

Sisa penggilingan padi berupa gabah akan menyisakan sekam padi yang dibiarkan menumpuk dan kurang dimanfaatkan. Padahal, di dalam sekam padi mengandung banyak silika yang dapat digunakan untuk bahan awal dalam merawat aluran akar gigi (pulpa) pada gigi berlubang. Gigi berlubang merupakan masalah serius yang harus diatasi. Terutama gigi berlubang yang sampai akar gigi, sehingga akar gigi perlu dipertahankan menggunakan material yang dapat menutupi lubang dan bersifat anti-bakteri yang disebut dengan bahan medikamen untuk merawat akar gigi yang tersisa. Perawatan saluran akar gigi mempunyai tujuan untuk mengeliminasi bakteri yang menyebabkan infeksi pada jaringan pulpa dan periapex (Sari dan Untara, 2014).

Salah satu bahan medikamen yang dianjurkan dokter adalah Mineral Trioxide Aggregate (MTA). MTA merupakan bahan sintetik yang berisi silika, bismuth, alumunium dan kalsium. Komposisi MTA terdiri dari 80% Portland semen dan 20% bismuth trioksida untuk menyediakan radiopacity (Ladesma dkk., 2014). MTA mempunyai biokompatibilitas dan penutup gigi yang efektif karena MTA bersifat unik dan lebih menguntungkan jika dibanding dengan material gigi yang lain (Tawil dkk., 2015).

Salah satu komponen dalam MTA adalah silika. Silika dapat diperoleh dari abu sekam padi (ASP) melalui ekstraksi ke dalam material. Komposisi abu sekam padi adalah SiO_2 90,50%, CaO 1,48%, MgO 1,23%, MnO 1,094%, Fe_2O_3 1,54%, Al_2O_3 1,21%, dan senyawa lain sebanyak 2,946% (Todkardkk., 2016). sekam padi mempunyai bentuk amorf sedangkan abu sekam padi mempunyai tipe kristal yang berbeda tergantung suhu pengabuan.

Percobaan menggunakan suhu 700 °C dan 800 °C dihasilkan jumlah silika yang mirip antara 98,7% dan 98,9% (Fernandes dkk., 2017). Pada suhu 700 °C merupakan peralihan antara fase amorf menuju kristalin dan berdasarkan penelitian yang dilakukan akan dihasilkan silika amorf.

Bahan utama pembuatan MTA adalah CaO 65%, SiO_2 15%, Bi_2O_3 18%, dan Al_2O_3 2% dengan persen adalah komposisi berat. Sebagian besar komponen MTA adalah Ca. Ca berasal dari kalsium hidroksida juga dapat digunakan untuk mengekstrak silika amorf dari abu sekam padi yang membentuk gel kalsium silikat hidrat (Mansha dkk., 2011).

MTA saat ini dikenal sebagai material yang mahal karena berasal dari bahan sintetis. Mahalnya harga MTA menyebabkan banyak masyarakat mengabaikan perawatan saluran akar ini, sehingga perlu adanya penggantian salah satu bahan pembuatan MTA yaitu mengganti sumber silika dengan silika yang tersedia di alam. Sumber silika utama yang sering digunakan dan dapat meningkatkan nilai guna limbah penggilingan gabah adalah sekam padi.

Ekstraksi silika menggunakan larutan basa kuat NaOH menyebabkan adanya Na yang harus dimurnikan. Na mempunyai sifat higroskopis yang dapat menyebabkan pori apabila masih terdapat dalam material. Salah satu cara memurnikan silika agar bebas Na adalah dengan pencucian. Berdasarkan hal tersebut, peneliti ingin mengetahui pengaruh pencucian terhadap kemurnian silika. Selanjutnya, hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan EDX, FTIR, dan XRD.

2. METODE PENELITIAN

Metode penelitian ini adalah sol-gel yaitu metode yang membuat prekursor padatan ASP menjadi gel silika dan dikeringkan sehingga menjadi silika serbuk berwarna putih.

2.1. Waktu dan Lokasi penelitian.

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik Departmen Kimia UGM

2.2. Alat dan Bahan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam ekstraksi silika adalah sekam padi (Karanganyar, Jawa Tengah), NaOH 2M, HCl 37%, dan akuades. Alat yang digunakan adalah furnace, stirrer, dan peralatan gelas. Peralatan analisis yang digunakan untuk mengetahui kristalinitas silika adalah XRD, kandungan sekampadi dan hasil ekstraksi berbagai pencucian dengan EDX, dan untuk mengetahui gugus fungsi digunakan FTIR spektroskopi.

2.3 Prosedur Penelitian.

Sepuluh gram ASP ditambahkan 60 mL larutan NaOH 2M diaduk dan dipanaskan 85 °C selama 1 jam. Selanjutnya disaring, didapat filtrat I dan residu diekstrak kembali dengan 30 mL larutan NaOH sehingga didapatkan ekstrak II. Ekstrak I dan II digabung dan ditetesi HCl 37% sampai terbentuk gel silika yang mulai terbentuk pada pH 11 dan dilanjutkan ditetesi sampai pH 7. Kemudian ekstrak silika dicuci dengan variasi volume 0, 360, dan 450 mL dengan cara mencampur dengan akuades dan disaring. Silika kemudian dikalsinasi 400 °C selama 4 jam, sehingga didapat silika hasil ekstraksi bebas natrium sebagai bahan dasar pembuatan MTA.

2. HASIL DAN PEMBAHASAN

Abu sekam padi maupun silika ekstraksi berbagai pencucian berwarna putih. Semakin banyak volume yang digunakan untuk pencucian, semakin bersih dan putih silika ekstraksi yang dihasilkan. Hasil ASP dan ekstraksi silika dapat dilihat pada Gambar 1.

Berdasarkan Gambar 1. ASP maupun silika hasil ekstraksi berwarna putih. Namun, silika hasil ekstraksi dengan pencucian mempunyai warna lebih putih. Pencucian mempengaruhi kemurnian silika dan warna silika yang dihasilkan. Semakin banyak volume air yang digunakan, maka warna silika semakin putih.



Gambar 1. ASP (a) dan silika hasil ekstraksi (b)

Kandungan ASP dan silika hasil ekstraksi volume pencucian 270 dan 360 mL dilakukan dengan karakterisasi EDX yang bisa dilihat pada Tabel 1.

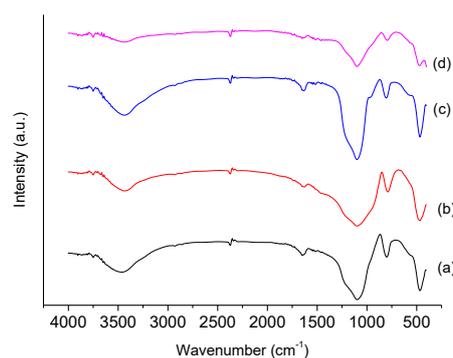
Tabel 1. Hasil karakterisasi EDX ekstraksi silika.

elemen	ASP (%)	270 (%)	360 (%)
Karbon	-	8,00	-
Oksigen	68,15	64,45	67,46
Natrium	-	3,00	3,52
Magnesium	0,27	-	-
Aluminium	-	0,15	0,21
Silikon	30,17	24,27	28,62
Kalium	0,90	0,12	0,20
Kalsium	0,33	-	-
Indium	0,17	-	-

Berdasarkan Tabel 1. pencucian silika dengan 360 mL akuades masih terdapat Na sehingga pencucian perlu diteruskan dan dan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat ada tidaknya puncak Na pada (2θ) 30° . Kemurnian silika meningkat dengan bertambahnya volume pencucian. Kadar silikon maupun silikon dioksida akan meningkat dengan meningkatnya volume pencucian, sehingga pencucian mempengaruhi kemurnian dan kadar silika hasil ekstraksi sebagai bahan dasar pembuatan MTA.

Gugus fungsi dari silanol dan siloksan pada silika maupun ASP dikarakterisasi menggunakan FTIR. Hasil spektra FTIR dapat dilihat pada gambar 2. Berdasarkan spektra FTIR pada gambar 2, dapat diketahui ASP mempunyai bilangan gelombang $470,63\text{ cm}^{-1}$ yaitu vibrasi tekuk $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, $802,39\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur simetri Si-O dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, $1103,28\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur asimetri Si-O dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, $1635,64\text{ cm}^{-1}$ vibrasi tekuk -OH dari H₂O, $3448,72\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur -OH dari $\equiv\text{Si-OH}$, dan $3873,06\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur -OH dari H₂O.

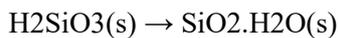
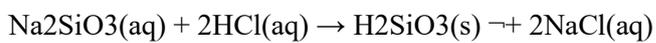
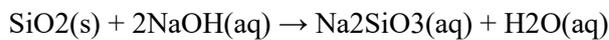
Bilangan gelombang antara ASP dan SiO₂ mempunyai kesamaan dalam pencucian 0, 360, dan 450 mL air yaitu $438,75\text{ cm}^{-1}$ vibrasi tekuk dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ (siloksan), sekitar 800 cm^{-1} vibrasi ulur simetri Si-O dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, $1103,28\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur asimetri Si-O dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, $1635,64\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk -OH dari H₂O, $2337,72\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi tekuk Si-O dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ yang membedakan silika hasil ekstraksi dengan ASP, $3448,72\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur -OH dari $\equiv\text{Si-OH}$ (silanol), dan $3750-3900\text{ cm}^{-1}$ vibrasi ulur -OH dari H₂O (Trivana dkk., 2015) (Rosalia dkk., 2016) (Syukri dkk., 2017).



Gambar 2. Spektra FTIR (a) ASP, (b) silika tanpa pencucian, (c) silika pencucian 360 mL, (d) silika pencucian 450 mL

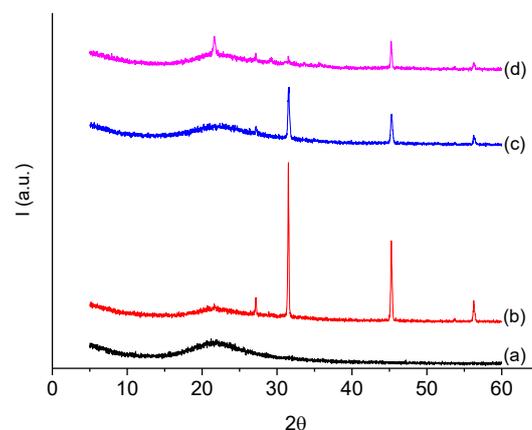
Banyaknya air yang digunakan dalam pencucian mempengaruhi intensitas puncak spektra FTIR. Hal ini terbukti dengan adanya kenaikan intensitas gugus -OH dari H₂O pada 1635,64 cm⁻¹. Semakin banyak jumlah air dalam pencucian intensitas puncak semakin naik dan pada 3873,06 cm⁻¹ juga terjadi kenaikan intensitas dengan bertambahnya volume air pencucian.

Tidak adanya Na dari silika hasil ekstraksi dapat dideteksi menggunakan XRD pada 2θ: 30° (NaCl JCPDS No. 5-0628). Ketika sudah tidak ada puncak pada daerah dua theta tersebut, berarti sudah tidak ada Na dalam silika karena larut dalam pencucian dengan akuades, sehingga material WMTA yang akan dibuat dari silika tidak bersifat higroskopis dan tidak menimbulkan pori saat diaplikasikan. Berdasarkan tahapan pembuatan silika, maka reaksi yang terjadi adalah:



(Bakri, 2009)

Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan grafik hasil uji pada Gambar 3. menunjukkan bahwa ASP mempunyai struktur tidak kristalin yaitu fase amorf, sedangkan pada puncak curam menunjukkan adanya perubahan fase amorf menjadi kristalin. Zat anorganik lain dalam abu sekam padi dimungkinkan mengkatalisis terjadinya perubahan silika dari amorf menjadi kristalin. Pada 2θ=22 menunjukkan puncak dari silika (SiO₂) dan ASP merupakan senyawa Iron Silicon (FeSi₂) yang memiliki sistem kristal bentuk tetragonal yang merupakan modifikasi dari bentuk kristobalit dimana besar a=b≠c, α=β=γ= 90, hal ini disebabkan karena suhu pemanasan 570-870 °C (Ginanjar dkk., 2014) (Smallman dan Bishop, 2000).



Gambar 3. Diffraktogram XRD (a) ASP (b) Silika tanpa pencucian (c) silika pencucian 360 mL akuades (d) silika pencucian 450 mL akuades

Kristalinitas silika ditentukan oleh suhu pengabuan dan karakter SiO₂ dapat dilihat pada sudut (2θ) 22°, sedangkan adanya natrium dapat dilihat pada (2θ) 30°. Suhu pengabuan 700 °C merupakan peralihan dari fase amorf menuju kristalin pada ASP.

Silika tanpa pencucian mempunyai intensitas Na yang tinggi, silika pencucian 360 mL masih terdapat puncak Na pada (2θ) 30°, sedangkan pencucian 450 mL akuades puncak Na sudah hilang dan dihasilkan silika amorf. Berdasarkan difraktogram dapat disimpulkan bahwa pencucian dapat menurunkan kadar Na bahkan melarutkan Na dari silika hasil ekstraksi dan silika dengan pencucian 450 mL akuades dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan WMTA karena bebas Na

3. KESIMPULAN DAN SARAN

Abu sekam padi (ASP) hasil kalsinasi limbah sekam padi dengan suhu 700 °C mempunyai bentuk kristal amorf dan berhasil diekstrak dengan basa kuat menghasilkan silika bebas natrium pada pencucian 450 mL. Selain itu, kadar silika dalam ASP mencapai 30,17% dapat digunakan langsung sebagai sumber silika pada pembuatan WMTA. Keberadaan silika diperkuat dengan adanya gugus silanol dan siloksan pada spektra FTIR.

Sebaiknya dilakukan ekstraksi abu sekam padi menggunakan basa selain NaOH sehingga tidak perlu dilakukan pemurnian lagi sebagai bahan dasar pembuatan material gigi. Selain itu, dilakukan ekstraksi pada sumber silika lain atau dari limbah lain selain sekam padi

4. UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis ucapkan kepada departemen kimia UGM, prof. Nuryono yang telah membimbing dan memberikan ide, Den Rethy dan Bu Rini Dharmastiti teknik mesin UGM yang telah membantu kelancaran penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

Bakri (2009). Komponen Kimia dan Fisik Abu Sekam Padi sebagai SCM untuk Pembuatan Komposit Semen. *J Perennial*. 5(1): 9-14.

Fernandes, I., Calheiro, D., Sanchez, F., Camacho, A., Rocha, T., Moraes, C., dan Sousa, V. (2017). Characterization of Silica Produced from Rice Husk Ash: Comparison of Purification and Processing Methods. *Mater. Research*. 20(2), 412-518.

Ginangjar, R. R., Mulyadi, A. H., Biologi, F., dan Soedirman, U. J. (2014). Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Pelarut NaOH. *Prosiding Seminar Nasional Hasil-hasil Penelitian dan Pengabdian UMP 2014*. 3, 306–312.

Ladesma, A. F., Santana, F. B., Bucio, L., Arenas-Alatorre, J., Faraji, M., and Wintergerst, A. (2017). Bioactive materials improve some physical properties of a MTA-like cement. *Materials Science & Engineering C*. 71, 150–155.

Mansha, M., Javed, S. H., Kazmi, M., and Feroze, N. (2011). Study of Rice Husk Ash as Potential Source of Acid Resistance Calcium Silicate. *Advances in Chemical Engineering and Science*. 01(03), 147–153.

- Rosalia, R., Asmi, D., dan Ginting, E. (2016). Preparasi dan Karakterisasi Keramik Silika (SiO_2) Sekam Padi dengan Suhu Kalsinasi 800 °C- 1000 °C. *J Teori dan Aplikasi Fisika*. 4(1), 101-106.
- Sari, A. N., dan Untara, T. E. (2014). Root Canal Retreatment menggunakan Kombinasi Kalsium Hidroksida dan Chlorhexidine sebagai Medikamen Intra Kanal Insisivus Sentral Kiri Maksila. *Majalah Kedokteran Gigi*. 21(2), 165–170.
- Smallman, R.E and Bishop, R.J. (2000). *Mod Phys Metall Mater Eng*. Hill International Book Company: NewYork.
- Syukri, I., Hindryawati, N., dan Subagyono, R. (2017). Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi Termodifikasi 2-Merkaptobenzotiazol untuk Adsorpsi Ion Logam Cd^{2+} dan Cr^{6+} . *J Atomic*. 2(2), 221-226.
- Tawil, P. Z., Duggan, D. J., and Galicia, J. C. (2015), Mineral trioxide aggregate (MTA): its history, composition, and clinical applications. *Compendium of Continuing Education in Dentistry* (Jamesburg, N.J. : 1995), 36(4), 247–52, 264.
- Todkar, B. S., Deorukhkar, O. A., and Deshmukh, S. M. (2016), Extraction of Silica from Rice Husk. *International Journal of Engineering Research and Development*. 12(3), 2278–67.
- Trivana, L., Sugiarti, S., dan Rohaeti, E. (2015), Sintesis Dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3). *J Sains dan Teknologi Lingkungan*. 7(2), 66–75.