

PENENTUAN PERUBAHAN KARAKTERISTIK FISIKA KIMIA SEKAM PADI DAN TULANG SAPI MENGGUNAKAN DSC (*DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY*)

I Made Griya Adi Parta, Made Vivi Oviantari, Gede Agus Beni Widana
Jurusan Analis Kimia FMIPA Universitas Pendidikan Ganesha
Email: adiparta182@gmail.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan karakteristik fisika kimia sekam padi dan serbuk tulang sapi karena pengaruh perubahan suhu. Hal ini dilakukan karena keberhasilan sintesis senyawa anorganik berbasis *solid state* ditentukan oleh pemilihan suhu yang tepat dan ini dapat diketahui dengan menggunakan *scanning calorimetry*. Subjek dalam penelitian ini adalah sekam padi dan tulang sapi, sedangkan objek penelitian ini yaitu karakteristik fisika kimia sekam padi dan dari serbuk tulang sapi. Metode yang digunakan untuk menentukan karakteristik fisika kimia adalah dengan menggunakan DSC. (*Differential Scanning Calorimetry*) yang ditunjukkan dengan timbulnya reaksi endotermik dan eksotermik. Hasil penelitian ini menunjukkan karakteristik fisika kimia sekam padi dan tulang sapi yang teramati dari rentangan suhu 50-600°C. Karakteristik yang ditunjukkan oleh sekam padi yaitu, pada rentangan suhu 140-253°C terjadi proses endotermik yaitu penguapan H₂O, rentangan suhu 253-415°C terjadi proses endotermik yaitu penghilangan senyawa organik serta pembakaran karbon dan pada rentangan suhu 415-581°C terjadi proses eksotermik yaitu pembentukan kristal SiO₂. Karakteristik yang ditunjukkan oleh tulang sapi yaitu pada rentangan suhu 135-157°C terjadi proses endotermik yaitu penguapan H₂O, pada rentangan suhu 157-195°C terjadi proses endotermik yaitu penghilangan senyawa organik hal ini juga terjadi pada rentangan suhu 195-231°C yang menunjukkan terjadi proses endotermik yaitu penghilangan senyawa organik.

Kata-kata kunci: Sekam padi, tulang sapi, DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

ABSTRACT

This study is aimed to determine changes in physics and chemist of rice husk and cow bone powder that caused by temperature changes. The succeeded synthesis of inorganic compounds based on solid state was determined by the selection of appropriate temperature and this could be determined by using scanning calorimetry. Subjects in this study were rice husk and cow bones, while the object of this research was physics and chemist characteristics of rice husk and cow bone powder. The method used to determine it is DSC (Differential Scanning Calorimetry) as indicated by the onset of endothermic and exothermic reactions. Physics and chemist characteristics of rice husk and cow bone was determined at 50-600°C. Rice husk showed the characteristic that two endothermic peaks at

140-253°C indicated evaporation of water, 253-415°C indicated removal of organic compounds and also at 415-581°C showed exothermic peak that indicated start of crystallitation of SiO₂. Cow bones showed that three peaks of endothermic process such at 135-157°C indicated evaporation of water, at 157-195°C dan 195-231°C indicated removal of organic compounds.

Keywords: Rice husk, cow bones, DSC (Differential Scanning Calorimetry)

PENDAHULUAN

Pemanfaatan dan pengembangan terhadap material alam hasil samping yang tidak dimanfaatkan atau dikenal juga dengan limbah atau sisa dari hasil pemanfaatan produk pokoknya terus dikembangkan. Pemanfaatan dan pengembangan ini dilakukan untuk mengurangi pencemaran lingkungan oleh material-material organik tersebut, sehingga terus dilakukan penelitian dan pengembangan, baik untuk menghasilkan energi, komposit, membran dan lain sebagainya yang dapat dimanfaatkan oleh manusia untuk kesejahteraan manusia itu sendiri. Beberapa dekade terakhir ini menunjukkan kemajuan teknologi pada bidang biologi, kimia dan fisika yang banyak dikembangkan karena memiliki prospek yang besar untuk menjawab permasalahan-permasalahan yang timbul dari sisa-sisa material dari alam yang kurang termanfaatkan. Adapun sisa-sisa material dari alam yang dapat dimanfaatkan diantaranya sekam padi dan tulang sapi. Sekam padi dan tulang sapi merupakan limbah yang memiliki volume yang cukup besar dalam lingkungan, namun kedua limbah ini memiliki potensi besar yaitu sekam padi sebagai sumber silika (SiO₂) dan tulang sapi sebagai sumber kalsium posfat (Ca₃(PO₄)₂) (Trianto, W. 2013).

Sekam padi diketahui terdiri dari silika sejumlah 90 – 99% dengan sejumlah kecil pengotor seperti unsur logam (Houston, 1972). Sementara itu, kalsium posfat pada tulang sapi dapat diisolasi karena komposisi tulang sapi terdiri dari 7% β -tricalcium phosphate dan 93% hidroksiapatit yang merupakan senyawa kalsium posfat dengan rumus molekul (Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂) (Ooi *et al.*, 2007 dalam Rachmania, A, 2012). Hasil isolasi silika yang terdapat dalam sekam padi dan posfat yang diisolasi dari tulang sapi dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang. Dewasa ini, pemanfaatan silika dan posfat sangat luas mulai dari bidang elektronik, mekanik, seni, biomedik dan pembuatan senyawa-senyawa kimia.

Hasil isolasi silika dari sekam padi dan posfat dari tulang sapi sangat ditentukan oleh suhu karena suhu dapat menghilangkan komponen-komponen organik, khususnya unsur karbon sehingga diperoleh senyawa anorganik yang murni (Ozawa *et. Al.*, 2007 dalam Saputri, H.S., Winaningsih, I. 2011). Penentuan suhu dapat ditetapkan melalui pengamatan karakteristik perubahan kimia dengan variasi suhu tertentu dengan menggunakan termogravimetri atau *scanning calorimetry*. Dalam penelitian ini, untuk mengetahui perubahan karakteristik fisika dan kimia sebagai dasar isolasi material akan dilakukan pengujian *scanning calorimetry* terhadap sekam padi dan tulang sapi.

Metode

Bahan-bahan yang digunakan adalah tulang sapi, sekam padi, asam klorida (HCl) 37 % , asam sulfat (H₂SO₄) 2 M, Etanol 96 % dan Aquades. Peralatan yang digunakan adalah alat-alat gelas, spatula, lumpang dan alu, shaker, oven, *magnetic stirrer* dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

Bahan sekam padi dan tulang sapi terlebih dahulu dilakukan isolasi SiO₂ dari sekam padi dan isolasi apatit/posfat dari tulang sapi. Isolasi Si dilakukan dengan cara mengambil sejumlah massa sekam padi lalu dicuci dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada

suhu 105°C hingga massa konstan. Sekam padi yang telah kering kemudian ditumbuk hingga halus dan diayak hingga melewati ayakan 150 µm. Hasil ayakan kemudian dibleaching dengan menggunakan larutan HCl 37% sambil diaduk selama 1 jam, kemudian sampel dididihkan dengan menggunakan aquades pada suhu 100°C selama 3 jam. Serbuk sekam padi selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C hingga diperoleh massa yang konstan. Setelah proses pengovenan sampel diuji dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Setelah diuji dengan DSC sampel kemudian dibakar dalam *furnace* pada suhu 600°C selama 4 jam.

Isolasi apatit/posfat dari tulang sapi dilakukan dengan cara mengambil sejumlah limbah tulang sapi (bagian kaki) dibersihkan, dengan membuang bagian kolagen dan sisa-sisa daging yang menempel. Tulang sapi yang telah bersih kemudian dididihkan menggunakan aquades pada suhu 100°C. Tulang sapi yang telah dididihkan ditumbuk hingga halus, hingga melewati ayakan 150 µm. Serbuk tulang sapi yang dihasilkan dicuci dengan menggunakan H₂SO₄ 2 M dan dicuci kembali dengan menggunakan aquades. Serbuk tulang sapi yang telah dicuci dengan menggunakan aquades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C dan ditimbang hingga diperoleh massa yang konstan. Serbuk tulang sapi yang telah kering kemudian dicuci kembali dengan menggunakan etanol 96% dan dididihkan dalam aquades dengan suhu 100°C. Serbuk tulang sapi yang telah dididihkan kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C dan ditimbang hingga diperoleh massa yang konstan. Setelah proses pengovenan sampel kemudian diuji dengan menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

Hasil penelitian yang diperoleh berupa grafik DSC. Kemudian dari profil tersebut, akan dianalisis secara deskriptif perubahan fisika kimia yang diperoleh berdasarkan posisi dan arah puncak DSC terhadap suhu tertentu.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik fisika kimia bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat fisika kimia akibat pengaruh suhu terhadap sekam padi dan tulang sapi. Karakteristik fisika kimia meliputi, pembakaran, penghilangan H₂O dan pembentukan kristal. Tabel 1 merupakan tabel yang menunjukkan karakteristik fisika kimia serbuk tulang sapi an Tabel 2 merupakan tabel karakteristik fisika kimia tulang sapi.

Tabel 1. Karakteristik Fisika Kimia Sekam Padi

No	Rentangan Suhu (°C)	Sifat	Karakteristik
1	140 – 253	Endotermik	Fasa Penguapan H ₂ O
2	253 – 415	Endotermik	Fasa Penghilangan Senyawa Organik dan Pembakaran Karbon
3	415 – 581	Eksotermik	Fasa Pembentukan Kristal SiO ₂

Tabel 2 Karakteristik Fisika Kimia Tulang Sapi

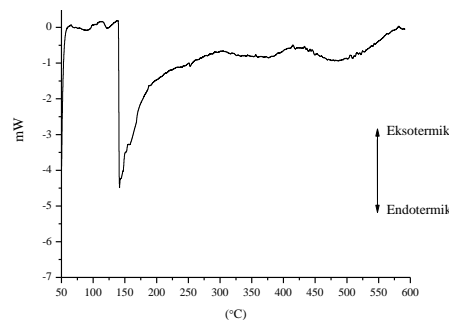
No	Rentangan Suhu (°C)	Sifat	Karakteristik
1	135 – 157	Endotermik	Fasa Penguapan H ₂ O
2	157 – 195	Endotermik	Fasa Penghilangan Senyawa Organik
3	195 – 231	Endotermik	Fasa Penghilangan Senyawa Organik

Hasil Analisis Differential Scanning Calorimetry (DSC) pada Sekam Padi

Grafik yang ditunjukkan pada Gambar 1 merupakan grafik hasil analisis termal dengan DSC yang menunjukkan terjadinya proses endotermik dan eksotermik pada sekam padi yang kemungkinan menunjukkan terjadinya proses penguapan, pembakaran zat organik, pembakaran karbon dan pembentukan kristal silika.

Berdasarkan data yang ditunjukkan pada Tabel 1, dari rentangan suhu pertama pada suhu 140–253°C terlihat terjadinya proses endotermik yang menunjukkan kemungkinan terjadinya proses penguapan kandungan air yang terdapat dalam material. Kandungan air ini kemungkinan air yang teradsorpsi pada material yang terjadi karena proses terikatnya air pada permukaan partikel padat melalui ikatan hidrogen.

Pada rentangan suhu selanjutnya menunjukkan terjadinya proses endotermik yang terjadi pada rentangan suhu kedua yaitu pada rentangan 253-577°C. Pada rentangan suhu ini kemungkinan terjadinya proses pembakaran senyawa organik dan pembakaran karbon yang terkandung dalam sekam padi. Sekam padi mengandung lignin selulosa dan silika, silika sendiri merupakan senyawa anorganik yang tersusun dari jaringan serat-serat selulosa yang mengandung banyak silika dalam bentuk serabut-serabut yang sangat keras. Serat selulosa yang terdapat pada sekam padi mengalami penguraian pada suhu 200- 240°C, sementara dari rentangan suhu 240-400°C terjadi pemutusan ikatan C – O, C – C pada rantai senyawa karbon dan mulai terjadinya proses penguraian pada lignin yang akan terus terurai hingga suhu 500°C (Siahaan., dkk, 2013). Berdasarkan grafik DSC yang diperoleh, dari suhu 140-253°C kemungkinan tidak hanya terjadinya proses penguapan, namun memungkinkan terjadinya proses penguraian selulosa, pemutusan ikatan C – O, C – C pada rantai senyawa karbon dengan puncak yang ditunjukkan pada suhu 253°C dan penguraian lignin yang puncaknya ditunjukkan pada suhu 415°C.



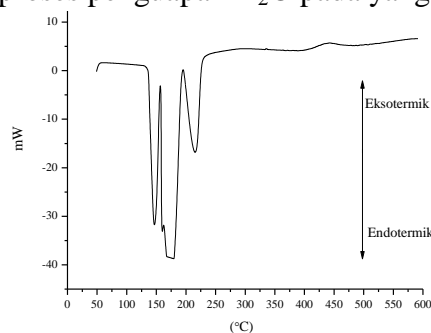
Gambar 1. Analisis Perubahan Fisika Kimia Sekam Padi dengan DSC.

Sementara grafik data DSC pada plot yang terakhir menunjukkan terjadinya proses eksotermik pada rentangan suhu 415-581°C dengan kemungkinan terjadinya proses pembentukan kristal silika. Kristal silika pada umumnya dalam bentuk amorf akan terbentuk pada suhu < 570°C dengan terbentuknya fasa *quartz* (Smallman and Bishop 2000), sehingga kemungkinan pada rentang suhu ini dengan puncaknya pada suhu 581°C mulai terbentuknya struktur kristal silika amorf dengan bentuk fasa *quartz*. Menurut penelitian Trianto, W (2013) pemilihan suhu yang tepat untuk pembakaran sekam padi sehingga menghasilkan silika dilakukan pada suhu 600-700°C. Dari data DSC terlihat proses pembentukan kristal silika dari sekam padi berada pada suhu 581°C. Pada proses pembakaran silika pada furnace dipilih suhu 600°C karena proses analisis thermal DSC yang digunakan untuk menentukan karakteristik dari sekam padi hanya mencapai suhu 600°C sehingga pembakaran sekam padi dilakukan pada suhu 600°C. Hasil pembakaran sekam padi pada temperatur 600°C yang puncak pembentukan kristal silikanya diketahui pada suhu 581°C akan meninggalkan residu abu berwarna putih yang terdiri dari senyawa silika dengan kadar 90% (Trianto, W. 2013).

Hasil Analisis Differential Scanning Calorimetry (DSC) Tulang Sapi

Grafik yang ditunjukkan pada Gambar 2 merupakan grafik hasil analisis termal dengan DSC yang menunjukkan terjadinya proses endotermik dan eksotermik yang terjadi pada tulang sapi dengan kemungkinan terjadinya proses penguapan dan pembakaran senyawa organik. Proses endotermik dan eksotermik pada grafik dengan karakteristik yang lebih jelas tertera pada Tabel 2.

Berdasarkan data yang ditunjukkan pada tabel 2, dari rentangan suhu pertama pada suhu 135-157°C terlihat terjadinya proses endotermik yang menunjukkan kemungkinan terjadinya proses penguapan kandungan air yang masih terkandung dalam material. Keberadaan air pada material ini terjadi karena proses pengeringan air pada material tidak sempurna. Pada tahap preparasi sampel, kandungan air pada material hanya dikeringkan dalam oven sehingga air yang dihilangkan hanya air yang tidak terikat pada material atau air yang berada pada permukaan material. Sementara pada hasil uji dengan DSC diperoleh kemungkinan terjadi penguapan air yang terikat pada material. Air permukaan padatan yang telah dikeringkan akan terjadi perbedaan kelembapan yang tinggi antara permukaan padatan dan bagian dalam padatan yang masih basah. Selain itu, juga terjadi perbedaan temperatur antara medium yang basah dengan medium yang kering, sehingga gradien temperatur terjadi pada medium. Hal ini menyebabkan perpindahan kelembapan air dalam ke permukaan, yang berjalan dengan cara difusi, gaya kapiler, tekanan internal karena penyusutan selama pengeringan (Puntanata. S, 2008). Hal inilah yang kemungkinan menimbulkan timbulnya *peak* pada grafik DSC yang menunjukkan adanya proses penguapan H₂O pada yang terikat pada material.



Gambar 2. Analisis Perubahan Fisika Kimia Tulang Sapi dengan DSC.

Pada rentangan suhu selanjutnya menunjukkan terjadinya proses endotermik yang terjadi pada rentangan suhu kedua yaitu pada rentangan 157- 195°C. Pada rentangan suhu ini

kemungkinan terjadinya proses pembakaran senyawa organik yang terdapat pada material. Hal ini tidak hanya terjadi pada rentangan suhu 157-195°C, berdasarkan hasil *peak* yang ditunjukkan, proses penghilangan senyawa organik juga terjadi pada rentangan suhu 195-231°C. Venkatesan dan Kim (2010) dalam Riyanto, B., dkk. 2013 melaporkan bahwa penghilangan secara total bahan organik yaitu kolagen, lipida kondroitin sulfat, dan senyawa keratin sulfat dapat terjadi di bawah suhu 600°C. Pada material yang dianalisis, meskipun dalam preparasi sampel material telah dibersihkan sehingga material bebas dari senyawa organik, namun preparasi yang tidak sempurna memungkinkan masih terdapatnya senyawa organik pada material. Hal inilah yang memberikan kemungkinan adanya *peak* proses endotermik yang menunjukkan terjadinya penghilangan senyawa organik pada grafik DSC.

PENUTUP

Dari hasil penelitian *scanning calorimetry* yang dilakukan menunjukkan pada setiap prekursor yang dianalisis diperoleh data karakteristik baik secara fisika maupun kimia dari sekam padi maupun serbuk tulang sapi. Karakteristik dari setiap prekursor diperlihatkan dari puncak-puncak pada grafik DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) dari rentangan suhu 50-600°C. Karakteristik yang diperlihatkan yaitu, pada sekam padi terjadinya proses penguapan, pembakaran zat organik, pembakaran karbon dan pembentukan kristal silika. Sementara karakteristik yang ditunjukkan dari *scanning calorimetry* pada serbuk tulang sapi yaitu terjadinya proses penguapan, dan penghilangan senyawa organik.

Bertolak dari pembahasan dan kesimpulan di atas sejumlah saran diajukan oleh penulis. Penulis berharap penelitian yang penulis lakukan ini memberikan manfaat terutama dalam kaitannya dengan keberhasilan sintesis senyawa anorganik. Penulis berharap penelitian ini dapat dilanjutkan dengan menggunakan metode-metode analisis termal lainnya sehingga mampu melengkapi data hasil analisis termal yang telah penulis lakukan sebelumnya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan demikian, melalui Artikel ini penulis mengucapkan terima kasih kepada bapak Agus Beni Widana, S.Si., M.Si., Apt., selaku dosen pembimbing I, atas sumbangsih pemikiran serta dukungannya yang begitu besar kepada penulis, ibu Made Vivi Oviantari, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing II, atas sumbangan pemikiran dan dukungan yang telah diberikan kepada penulis dan kepada Kepala Laboratorium Analisis Kimia FMIPA UNDIKSHA yang telah memberikan ijin kepada penulis untuk melaksanakan penelitian di Lab Analisis Kimia sehingga penelitian dapat terlaksanakan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Houston, D.F. (1972) 'Rice Chemistry and Technology', Vol. IV, American Association of Cereal Chemist, Inc., St. Paul, Minnesota, USA.
- Puntanata, S. 2008. "Pengeringan Pada Produk (Tapel) Dengan Microwave". Skripsi (Tidak Diterbitkan). Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Rachmania, A., 2012, "Preparasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi Dengan Metode Kombinasi Ultrasonik dan *Spray Drying*". Tesis (tidak diterbitkan). Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Riyanto, B., dkk. (2013). "Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit Tulang Ikan Tuna". JPHPI, Volume 16 Nomor 2 (hlm 112).

- Saputri, H.S., Winaningsih, I. 2011. "Proses Pembuatan Fishbone Hydroxyapatite Dari Limbah Tulang Ikan Bandeng". Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Siahaan, dkk. (2013). "Penentuan Kondisi Optimum Suhu dan Waktu Karbonisasi Pada Pembuatan Arang Dari Sekam Padi". Teknik Kimia USU, Vol 2, No. 1 (hlm.27).
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J., (2000), "*Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Erlangga, Jakarta.
- Trinto, W. 2013. "Pengaruh Penggunaan Bone Ash dan Rice Husk Ash Terhadap Sifat Mekanis Pasta Semen". Jurusan Teknik Sipil, Institut Teknologi Sepuluh Noverber (hlm 1-2).