

Sintesis dan Karakterisasi Serbuk SiO₂ dengan Variasi pH dan Molaritas Berbahan Dasar Pasir Bancar, Tuban

Nanda Iriawan Ramadhan, Munasir, Triwikantoro
Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: triwi@physics.its.ac.id

Abstrak—Dalam Tugas Akhir ini telah disintesis serbuk silika dengan variasi konsentrasi larutan Sodium Hydroxyde (NaOH) dan pH akhir kopresipitasi. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir silika dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur, Indonesia yang sudah dimurnikan menggunakan metode leaching, NaOH, HCl, dan aquades. Karakterisasi struktur SiO₂ menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dengan fasilitas software High Score Plus (HSP). Berdasarkan hasil analisis, ditunjukkan bahwa SiO₂ yang terbentuk amorf kemurnian Si pada serbuk silika meningkat dibandingkan dengan pasir alam.

Kata Kunci: silika, kopresipitasi, amorf

I. PENDAHULUAN

PENGEMBANGAN teknologi menjadikan aplikasi silika menjadi meningkat terutama penggunaan pada ukuran partikel yang kecil dari skala mikron bahkan nanosilika. Kondisi dengan ukuran partikel bahan baku yang lebih kecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda dan dapat meningkatkan kualitas [1]. Pemanfaatan silika dan kalsium yang dibuat nanokomposit menjadi kandidat bahan bioaktif yang menjanjikan untuk aplikasi perbaikan jaringan tulang [2]. Aplikasi lainnya, silika – yang berorde nanometer – dimanfaatkan di industri yang berkaitan dengan produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik, dan katalis [3].

Nanopartikel SiO₂ bisa digunakan dalam berbagai proses khususnya dapat digunakan sebagai suatu material *support* yang ideal untuk nanopartikel magnetik, karena sangat mudah dioptimalkan fungsinya; mencegah tarikan magnetik dipolar anisotropik ketika diberikan medan magnet luar; dan meningkatkan daya tahan terhadap korosi dari nanopartikel magnetik [4].

Bahan silika yang berasal dari alam telah berhasil dimurnikan dalam beberapa penelitian sebelumnya. Baru-baru ini telah ditemukan lingkungan yang mengandung silika dengan kadar kemurnian yang tinggi di daerah Bancar, Tuban. Dari bahan ini, pernah dilakukan penelitian yang mampu menghasilkan mikrosilika dengan metode *leaching* dengan kemurnian 94,8% [5]. Dan juga bahan dari pasir Pantai Slopeng, dapat dihasilkan serbuk silika dalam orde nanometer dengan metode *alkalifusion* dengan kemurnian 98,9% [6].

Dalam penelitian lain, telah didapatkan nanosilika dalam lautan amorf dengan menggunakan metode *hydrothermal* dan

kopresipitasi. Kemurnian silika yang didapatkan di atas 95%. Namun hasil produksi silika yang didapatkan rata-rata masih di bawah 50% dari massa bahan dasar [7].

Terdapat beberapa metode yang umum digunakan dalam analisis komposisi fasa, seperti menggunakan difraksi sinar-X (XRD). Dalam analisis data difraksi, dapat dilakukan analisis kualitatif untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terkandung dalam suatu material, dan kemudian dilanjutkan dengan analisis kuantitatif. Pada analisis kuantitatif dapat diketahui lebih banyak informasi seperti fraksi berat relatif fasa, parameter kisi dan juga ukuran kristal pada masing-masing fasa. Metode yang digunakan dalam analisis kuantitatif fasa adalah metode penghalusan Rietveld [8].

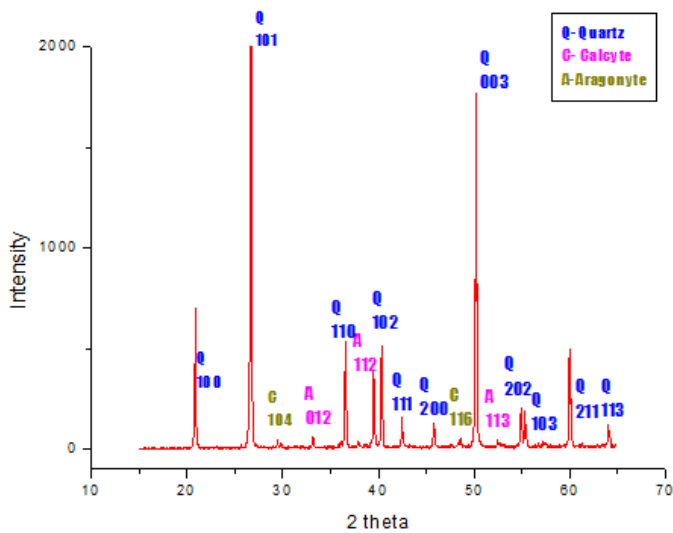
Dalam studi ini digunakan bahan dasar pasir alam dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur, dan dianalisis kandungan unsur di dalamnya serta metode pembuatan serbuk silika di atas 50% dari bahan dasar.

II. METODE

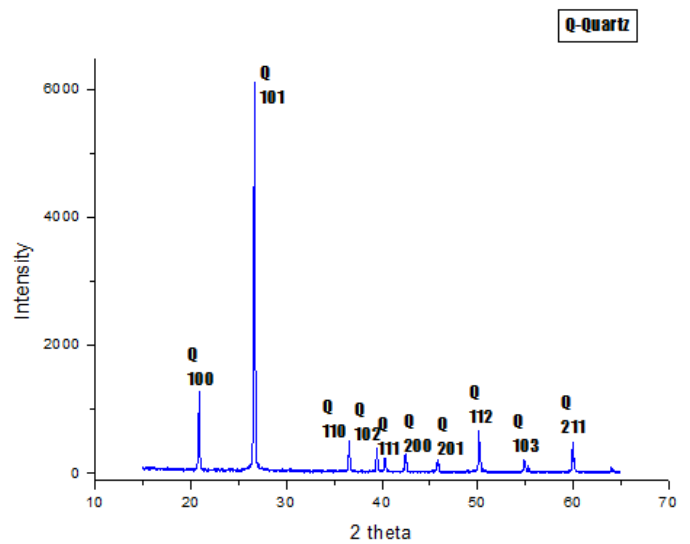
Pasir silika yang diambil dari pantai Bancar dihaluskan dengan menggunakan metode wet milling, dan menggunakan ball milling dengan bola zirkonia. Metode wet milling dilakukan menggunakan alkohol, dan dilakukan selama 10 jam dengan kecepatan 150 rpm untuk memperkecil ukuran partikel pasir alam tersebut. Kemudian pasir yang telah menjadi serbuk pasir yang halus tersebut dimurnikan dengan metode ekstraksi padat cair (*leaching*), yakni direndam dalam larutan HCl 2M sebanyak 300 ml selama 12 jam.

Setelah proses *leaching*, serbuk pasir dilarutkan ke dalam larutan sodium hydroxide (NaOH) dengan variasi 7M, 9M, dan 11M agar terbentuk larutan sodium silikat (Na₂SiO₃). Kemudian larutan sodium silikat dititrasi dengan larutan HCl 2M sampai pH akhir 7, 4, dan 2 dan membentuk gel. Proses ini dinamakan proses kopresipitasi. Setelah terbentuk gel, sampel dibersihkan dengan menggunakan aquadest. Tujuan pencucian ini untuk melarutkan garam yang dihasilkan dari reaksi antara NaOH dan HCl. Gel yang bersih dikeringkan dengan lampu pada temperatur 500 C.

Hasil sintesis diuji struktur X-Ray Diffractometer (XRD) Philips X'Pert Powder dengan radiasi Cu-Kα. Pola XRD yang direkam menggunakan *step size*=0,04°, uji elemen dengan X-



Gambar 1. Hasil pola difraksi Pasir Bancar, Tuban



Gambar 2. Hasil pola difraksi serbuk setelah leaching

Ray Fluorence (XRF), Particle Size Analyzer (PSA), dan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui ukuran partikel hasil sintesis.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pola Difraksi Sinar X

Pada penelitian ini, didapatkan data difraksi pasir Pantai Bancar, Tuban kemudian dianalisa kualitatif dengan software High Score Plus (HSP) dan analisa kuantitatif dengan metode Rietveld menggunakan software Rietica. Dari analisa tersebut, didapatkan kandungan SiO₂ quartz, *syn* (PDF 00-046-1045) sebesar 71,3%, CaCO₃ aragonite (PDF 00-041-1475) sebesar 26,7%, dan Ca(CO₃) calcite (PDF 01-081-2027) sebesar 1,9% dengan GoF 4, Rp 20,8, Rexp 14,9, dan Rwp 29,7.

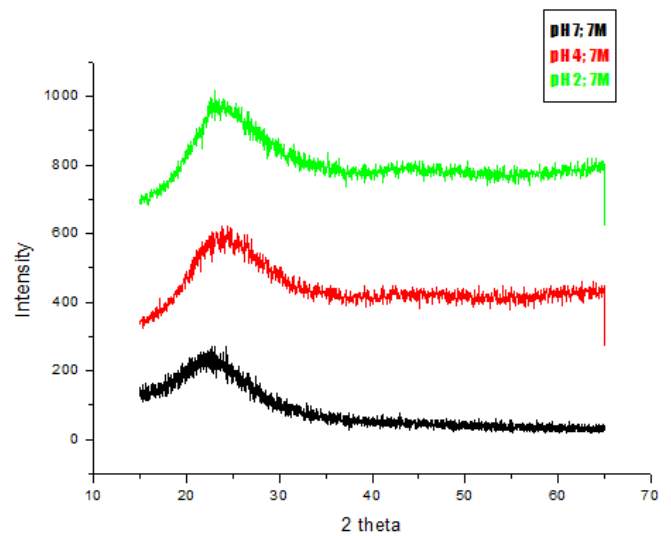
Ukuran pasir direduksi dengan ball milling dengan metode basah (wet milling). Media yang dipakai adalah Alkohol 96%. Bola yang digunakan untuk menggerus pasir terbuat dari zirkonia dengan densitas 5,7 gr/cm³ dimana nilai tersebut diatas densitas SiO₂. Pasir yang telah dihaluskan direndam di dalam larutan HCl 2M sebanyak 300 ml. Proses ini dinamakan proses ekstraksi padat cair (leaching). Hasil leaching berupa serbuk pasir yang berwarna agak putih.

Hasil pola difraksi setelah sampel di-leaching menunjukkan terjadinya pengurangan jumlah puncak kristalin. Pada keadaan awal ditemukan 18 puncak kristalin dengan tiga fase. Setelah leaching, jumlah puncak kristalin berkurang menjadi 15 dan berfase tunggal. Pengotor-pengotor sampel selain Si larut dalam larutan HCl.

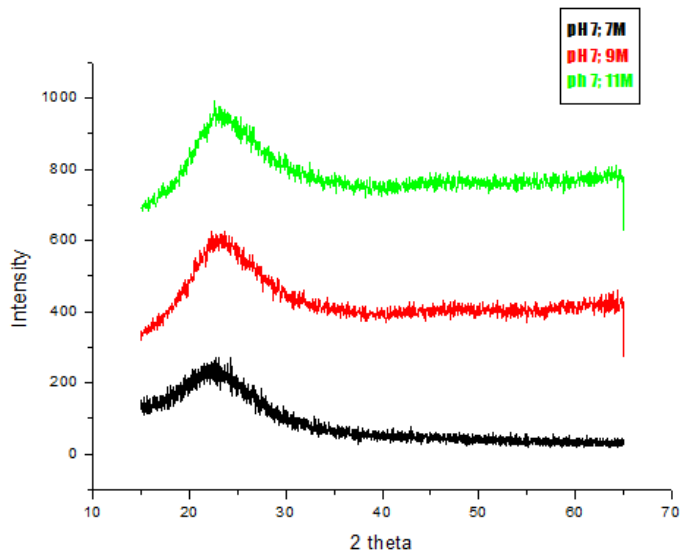
Pada tahap kopresipitasi, ditunjukkan bahwa hasil silika dari proses sintesis merupakan amorf. Kemurnian setelah tahap ini meningkat.

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan material yang terbentuk berupa silika amorf.

Dari Gambar 4, hanya didapatkan informasi bahwa silika yang terbentuk merupakan silika amorf. Grafik ini sama dengan Gambar 3.



Gambar 3. Hasil sintesis dengan variasi pH akhir kopresipitasi pada kemolaran NaOH 7M.



Gambar 4. Perbandingan pola difraksi silika dengan variasi molaritas NaOH pada pH 7.

Tabel 1.
Kandungan unsur Pantai Bancar, Tuban

No	Kandungan	%
1	Si	71.5
2	Ca	22.8
3	Fe	3.6
4	Dll	2.1

Tabel 2.
Kandungan unsur setelah tahap kopresipitasi.

No.	Kandungan	Persentase Berat %				
		7 M pH 7	7 M pH 4	7 M pH 2	9 M pH 7	11 M pH 7
1	Si	96	95.6	95.4	96.1	91.1
2	Na	-	-	-	-	3.4
3	Fe	0.2	1.6	2.4	0.2	-
4	Al	1.8	0.5	0.1	3.3	1.4
5	Dll	2	2.3	2	0.4	4

Tabel 3.
Perbandingan massa sampel sebelum dan sesudah *leaching*.

No	Massa awal (g)	Massa akhir (g)
1	15	9.4
2	15	10.5
3	15	10.4
4	15	10

B. Kandungan Unsur

Kandungan unsur yang didapatkan dari Pasir Bancar ditunjukkan dalam Tabel 1 dan 2. Dari tabel 1 dan 2, didapatkan bahwa kemurnian sampel SiO₂ meningkat setelah mengalami kopresipitasi. Hal ini menunjukkan pengotor-pengotor selain SiO₂ telah larut ke dalam larutan HCl.

C. Produksi Silika

Jumlah massa silika mengalami penurunan pada setiap proses. Setelah proses *leaching*, terjadi pengurangan massa seperti yang tertera pada tabel 3.

Hal ini semakin menguatkan data XRD yang dijelaskan pada Gambar 1 dan 2. Banyak pengotor selain Si yang larut ke dalam larutan HCl. Hal ini menyebabkan terjadinya pengurangan massa sampel pada tahap ini.

Didapatkan efisiensi produksi silika yang cukup besar. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Surahmat pada tahun 2011, didapatkan produksi silika dengan efisiensi rata-rata di bawah 50%. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh ukuran serbuk pasir sebelum dilarutkan ke dalam larutan sodium silikat (Na₂SiO₃). Ukuran partikel yang lebih kecil

menyebabkan luas permukaan sampel bertambah. Luas permukaan yang semakin besar menyebabkan semakin banyak bagian sampel yang bereaksi dengan senyawa lain. Sehingga lebih mudah untuk bereaksi dengan NaOH.

Pada penelitian Surahmat, masih banyak ditemukan residu dari larutan sodium silikat ketika disaring. Karena sebelum direaksikan dengan NaOH, sampel hanya digerus dengan mortar. Sementara pada penelitian kali ini, reduksi ukuran partikel menggunakan *wet milling* dengan kecepatan 150 rpm selama 10 jam. Hal ini menyebabkan partikel lebih kecil dan lebih mudah larut dalam larutan NaOH untuk menjadi larutan *sodium silikat*.

IV. KESIMPULAN

Sintesis dan karakterisasi serbuk SiO₂ telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode hydrothermal dan kopresipitasi. Hasil serbuk silika yang terbentuk pada pH 2; 7M merupakan SiO₂ amorf.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LPPM) ITS yang telah memberikan dukungan finansial melalui Program Penelitian Unggulan ITS 2013.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hakim, Y., Suminar. 2013. *Kestabilan Sifat Fisik dan Fasa Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO*. ITS, Surabaya
- [2] Zhongkui, H., Liu, A., Li, C., Xuesi, C. 2009. *Preparation of Bioactive Glass Ceramic Nanoparticles by Combination of Sol-Gel and Coprecipitation Method*. Journal of Non-Crystalline Solids 355: 368–372.
- [3] Nozawa, K., H.Gailhano, L.Raison, P.Panizza, H.Usiki, et.all. 2005. Langmuir, 21: 1516-1523.
- [4] Q. Zhu. 2007. *Stable Glass Seals For Intermediate Temperature (IT) Sofc Applications*. Fuel Xell Electronics Packaging X,254.
- [5] Suparsih, T. H., Zainuri. 2013. *Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pasir Silika Sebagai Pengisi Bahan Komposit Anti Korosi*. ITS, Surabaya.
- [6] Akbar, S., Triwikantoro. 2010. *Sintesis Silika Amorf Berbasis Pasir Alam Slopeng Menggunakan Metode Alkalifusion*. ITS, Surabaya
- [7] Surahmat, H., Munasir, dan Triwikantoro. 2011. *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi*. Surabaya: ITS.
- [8] E. Halwax and L. Petrás, "Quantitative Phase Analysis: Rietveld Method Versus Full-Pattern Method with Whole Observed Standard Profiles," *Materials Science Forum*, vol. 321–324, pp. 54–59, 2000.