

PENGARUH WAKTU TAHAN PADA PROSES *HYDROTHERMAL* DAN TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP KEKRISTALAN SILIKA DARI BAHAN ALAM PASIR KUARSA

Mashudi

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, e-mail: bangkithollig@gmail.com

Munasir

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, e-mail: nasir1769@gmail.com

Abstrak

Dalam penelitian ini telah dibuat silika amorf yang dihasilkan dari variasi waktu hydrothermal 6 jam, 8 jam, 10 jam dan 12 jam kemudian dikalsinasi dengan suhu 700°C, 900°C dan 1100°C. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir silika berfasa quartz dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur yang dimurnikan dengan menggunakan HCl. Tahapan yang dilakukan adalah persiapan bahan, proses hydrothermal, dan kopresipitasi silika, serta kalsinasi silika amorf. Karakterisasi SiO₂ menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan FTIR. Hasil variasi waktu hydrothermal menghasilkan silika amorf dengan intensitas yang bervariasi, semakin lama proses hydrothermal maka rentang sudut 2 θ semakin mengarah kekanan dan semakin sempit maka bahan semakin menuju ke fasa Kristal. Fasa tridymite terbentuk dari kalsinasi silika pada temperatur 900°C. Fasa cristobalite 77,4% quartz 8,4% dan tridymite 14,2% terbentuk pada temperatur kalsinasi 1100°C. Hasil FTIR menunjukkan semakin hilangnya pola serapan gugus O-H (molekul air) seiring dengan semakin besar suhu kalsinasi yang digunakan.

Kata Kunci: kalsinasi, kopresipitasi, mikrosilika, silika amorf

Abstract

In this study has been synthesized amorphous silica with hydrothermal various times at 6, 8, 10 and 12 hours. Nanosilica are synthesized with 12 hours hydrothermal time calcined at 700°C, 900°C, 1100°C. the raw material used in this study is silica sand with quartz phase from the Bancar Beach, Tuban, East Java that has been purified using HCl. The procedure is preparation of materials, hydrothermal processes, coprecipitation of silica, and calcination of amorphous silica. The structure of SiO₂ has been characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) and FTIR. Nanosilica are synthesized with different hydrothermal times has amorphous structure with varying range of 2 θ angle at 23.36°, 23.51°, 23.70°, and 23.97°. Tridymite phase formed from silica calcination at temperature of 900°C. while calcined silica at 1100°C has 77.4% cristobalite, 8.4% quartz, and 14.2% tridymite. the result of FTIR showing that O-H group pattern decreases with higher calcination temperature applied.

Keywords: calcination, coprecipitation, microsilica, amorphous silica

PENDAHULUAN

Untuk memperoleh ukuran silika hingga ukuran nano perlu dilakukan perlakuan khusus pada prosesnya. Berbagai macam metode digunakan untuk mendapatkan nanosilika dengan hasil terbaik. Pembuatan silika dengan metode bulk milling menghasilkan ukuran SiO₂ terkecil yaitu 34,4 nm dengan lama penggilingan 24 jam (Sriyanti, 2007). Penelitian sebelumnya yang pernah dilakukan adalah sintesis silika dari bahan sekam padi dengan metode kopresipitasi menghasilkan silika berukuran 50 nm (Nittaya, 2008). Metode kopresipitasi juga digunakan untuk mensintesis silika dari bahan silika gel komersial sehingga menghasilkan silika berukuran ~50 nm (P.K. Jal, 2004). Kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika

melewati titik jenuhnya. Kelebihan metode kopresipitasi adalah suhu yang digunakan relatif rendah dan waktu yang singkat. Nano silika dapat diproduksi dengan kualitas tinggi dan dengan biaya murah dapat diaplikasikan pada pembuatan beton yang dapat dimanfaatkan sebagai campuran semen, sehingga diperoleh material murah dengan kualitas yang bagus (Quersia et al., 2010).

Silika dapat berupa kristal, amorf atau berwujud acak. Sifat dari silika bergantung perilaku struktur selama reaksi sintesis. Silika dalam struktur kristal memiliki susunan atom yang lebih teratur daripada silika amorf. Sebagian besar metode yang digunakan untuk memurnikan silika menghasilkan silika amorf sehingga perlu dilakukan perlakuan lain untuk mengubah strukturnya menjadi kristal. Sintesis silika dari bahan pasir bancar menggunakan metode kopresipitasi yang biasanya

menghasilkan silika amorf namun pada pH 1-2 justru menghasilkan silika quartz (Surahmat, 2011). Sintesis silika dengan metode kopresipitasi menghasilkan 90.469% silika pada kondisi amorf (Rafiee et al., 2012).

Silica nanopartikel biasanya diaplikasikan sebagai filler pada silica-polymer nanocomposites. Metode yang sering dan banyak digunakan oleh para peneliti adalah sintesis silika nano partikel dengan metode sol-gel yang mempunyai kemampuan memproduksi persebaran tunggal dengan ukuran yang kecil dan distribusi nano partikel yang merata (Rahman et al., 2012). Penelitian yang menggunakan proses reaksi kimia dengan menggunakan energi rendah untuk memperoleh silika amorf dengan kemurnian yang tinggi dari bahan (Srivastava et al., 2013).

Penelitian mengenai bahan dan metode untuk mensintesis silika ke dalam ukuran mikro atau nano telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Mori berhasil mensintesis silika dari sampah gelas dengan metode alkalinasi (Mori, 2003). Penelitian menggunakan bahan pasir Bancar sebagai bahan sintesis silika dengan kalsinasi pada temperatur 1200°C fasa cristobalite rendah muncul dengan waktu penahan empat jam (Hartiningih, 2013).

Tugas akhir ini difokuskan pada pengaruh waktu *hydrothermal* terhadap struktur silika pada proses kopresipitasi dan melakukan kalsinasi pada silika yang diperoleh dengan harapan dapat memaksimalkan hasil sintesis silika agar dapat memiliki daya guna yang lebih bagus baik sebagai bahan baku utama ataupun sebagai bahan ikutan.

METODE

Peralatan dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Pasir kuarsa yang berasal dari pantai Bancar Tuban Jawa Timur, HCl 37% (Merck), NaOH 99% (Merck), dan Aquades. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, gelas beker, mortar, cawan keramik, magnetic stirrer, pipet, spatula kaca dan besi, corong kaca, tabung ukur, kertas saring, timbangan digital, saringan, dan furnace.

Alat Karakterisasi

Nanosilika hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrometer FTIR (Perkin Elmer), XRD (Philips PW 1710).

Purifikasi dengan HCl (Leaching)

Pasir yang telah berubah menjadi serbuk direndam dalam larutan HCl 2 M selama minimal 12 jam, hasil rendaman dicuci hingga pH 7 dan disaring dengan menggunakan

kertas saring. Pasir hasil rendaman dikeringkan dengan menggunakan panas lampu hingga kering.

Proses *hydrothermal*

Pasir yang telah dipreparasi kemudian ditimbang 4 gram untuk direaksikan dengan NaOH 7M. Campuran pasir dan NaOH diaduk dan dipanaskan menggunakan magnetik stirer pada suhu 90°C selama 6 jam, 8 jam, 10 jam dan 12 jam sesuai dengan variasi waktu *hydrothermal* yang digunakan hingga terbentuk sodium silikat.

Kopresipitasi

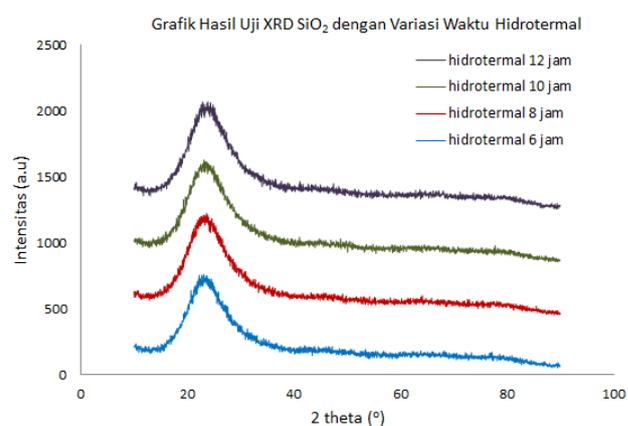
Larutan sodium silikat dititrasi dengan menggunakan HCl 2M secara bertahap ditetesi secara perlahan sampai larutannya memiliki PH 1.

Proses Kalsinasi Silika

Silika amorf yang dihasilkan kemudian dilakukan proses lebih lanjut. Variasi temperatur yang digunakan adalah 700°C, 900°C, dan 1100°C dengan waktu penahanan selama 10 jam. Pemilihan suhu yang digunakan ini berdasarkan perubahan fasa silika terhadap suhu.

HASIL DAN PEMBAHASAN

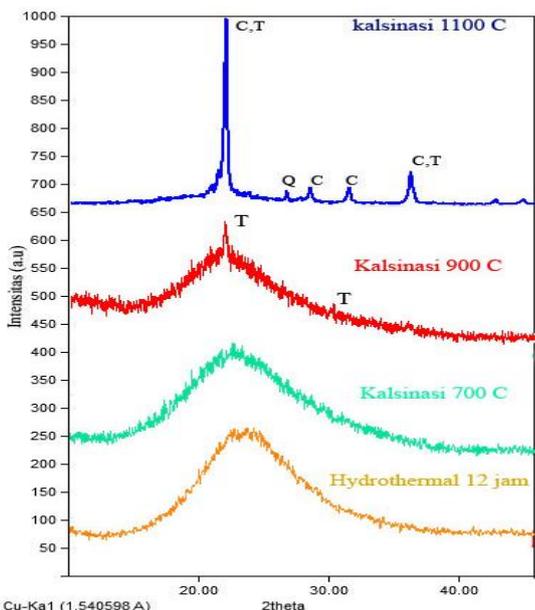
Hasil Uji XRD



Gambar 1. Hasil Uji XRD Variasi Waktu *Hydrothermal*

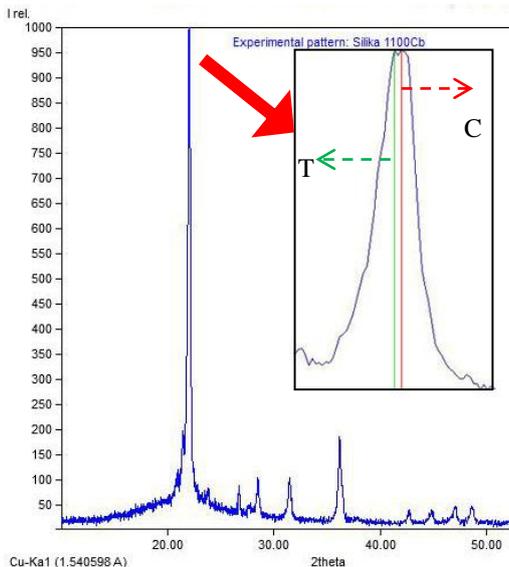
Puncak pada silika amorf yang berasal dari variasi waktu *hydrothermal* 6 jam, 8 jam, 10 jam dan 12 jam memiliki intensitas berturut-turut 760, 820, 830, 845. Perbedaan puncak intensitas ini sangat menarik tampak bahwa semakin lama waktu *hydrothermal* pada suhu tertentu, maka semakin besar intensitas puncak yang terjadi ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu *hydrothermal*, maka puncak grafik silika ini semakin menuju ke fasa kristalin yang ditunjukkan dari bentuk puncak yang semakin runcing pada intensitas yang tinggi dan semakin sempit Gambar 2.

Pengaruh Waktu Tahan Pada Proses *Hydrothermal* dan Temperatur Kalsinasi Terhadap Kekristalan Silika Dari Bahan Alam Pasir Kuarsa



Gambar 2. Hasil Uji XRD Waktu *Hydrothermal* 12 jam dengan Kalsinasi

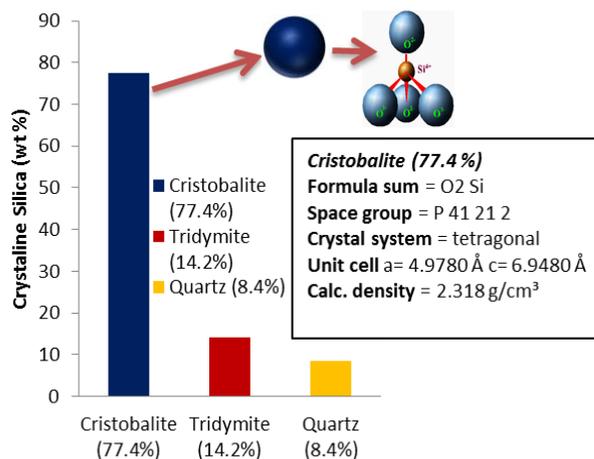
Pada Gambar 2, dari hasil XRD mulai menunjukkan terbentuknya fasa kristal Tridymite pada suhu kalsinasi 900°C selama 10 jam. Pada suhu kalsinasi 1100°C menunjukkan kemunculan kristal dengan terbentuknya beberapa fasa kristal yang cukup bagus, tampak tiga fasa kristal muncul yaitu ; *Quartz*, *Tridymite* dan *Cristobalite*. Fasa tridymite ini berada pada sudut 21.53° dan 35.71° MATCH!* [96-901-3493] O2 Si Tridymite. Empat fasa *cristobalite* terbentuk pada sudut 22.05°, 28.49°, 31.43° dan 35.99° MATCH!* [96-900-8111] O2 Si *Cristobalite*.



Gambar 3. Perbesaran Puncak Hasil Uji XRD Waktu *Hydrothermal* 12 jam dengan Kalsinasi 1100°C

Dua karakteristik fasa tridymite yang tampak pada grafik seperti peak tunggal yang menyatu dengan peak fasa Kristal cristobalite, namun setelah diperbesar, keduanya

merupakan fasa Kristal yang berbeda, dengan sudut dan intensitas ketinggian peak yang berbeda Gambar 3.



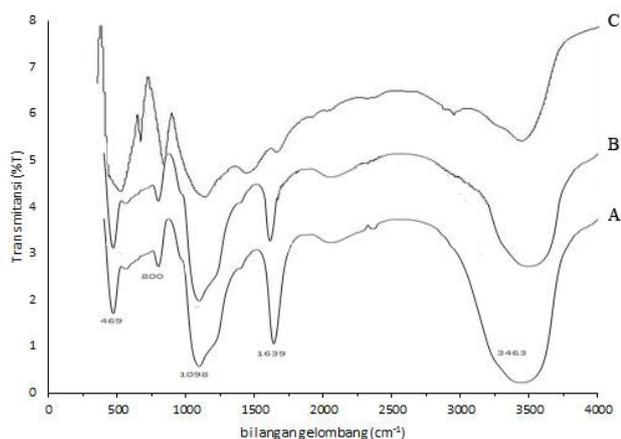
Gambar 4. Persentase dan Karakteristik Fasa Kristal Hasil Uji XRD Silika Variasi Waktu *Hydrothermal* 12 jam dengan Kalsinasi 1100°C

Hasil uji XRD kalsinasi di suhu 1100°C selama 10 jam menunjukkan kekristalan yang cukup baik, tampak tiga fasa kristal muncul yaitu ; *Quartz* 8,4%, *Tridymite* 14,2%, dan fasa kristal yang mendominasi adalah *Cristobalite* 77,4% Gambar 4.

Tabel 1. Data Uji XRD Silika Variasi Waktu *Hydrothermal* 12 Jam yang Dikalsinasi 1100°C Selama 10 Jam

<i>d-spacing</i> <i>Intensity</i> (Å)	<i>Relative</i> <i>Height</i> (%)	<i>Angle</i> <i>Width</i> (°2Theta)	<i>Peak</i> (counts)
8.68031	0.14	10.1821	4.86
5.82608	0.39	15.19492	13.55
4.23542	4.64	20.95696	160.19
4.11987	14.87	21.5317	512.89
4.00804	100	22.05051	3448.87
3.71638	3.58	23.92438	123.35
3.32207	3.8	26.68407	131.13
3.20047	1.95	27.85299	67.19
3.1103	6.38	28.49757	220.11
2.82933	7.77	31.43623	267.86
2.47192	15.79	35.99282	544.42
2.36602	0.73	37.99888	25.29
2.10946	1.98	42.83422	68.19
2.01487	2.32	44.95224	79.96
1.92487	3.36	47.17802	115.87
1.86661	3.34	48.74438	115.28
1.81896	0.37	50.10807	12.9

Hasil Uji FTIR



Gambar 5. Spektroskopi FTIR silika (SiO₂) (A) Silika Tanpa Kalsinasi (B) Silika Kalsinasi 900°C (C) Silika Kalsinasi 1100°C

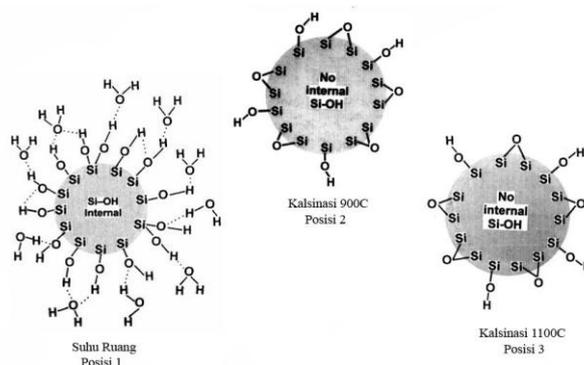
Pola serapan gugus Si-O-Si (siloksan) hasil sintesis terletak pada bilangan gelombang yang sesuai dengan referensi yang mempunyai rentang antara 1050-1115 cm⁻¹. Pola serapan gugus fungsi O-H mempunyai serapan yang sesuai dengan referensi yang mempunyai rentang 3000-4000 cm⁻¹. Sehingga dengan demikian secara kualitatif hasil (SiO₂) sesuai dengan referensi Gambar 5.

Tabel 2. Pencocokan gugus fungsi hasil uji FTIR dengan referensi

Bilangan gelombang Eksperimen (cm ⁻¹)			Gugus fungsi	Bilangan gelombang literatur(cm ⁻¹)	Referensi
A	B	C			
469	470	475	Vibrasi gugus Si-O	465-475	P.K. Jal dkk, 2004
800	800	792	Vibrasi gugus OH dari Si-O	800-870	P.K. Jal dkk, 2004
1098	1095	1091	Vibrasi asimetri gugus Si-O-Si	1050-1115	P.K. Jal dkk, 2004
1639	1639	1624	Vibrasi gugus O-H (molekul air)	1639	Sriyanti dkk, 2005
3463	3456	3429	Vibrasi gugus O-H	3000-4000	P.K. Jal dkk, 2004

Hasil karakterisasi FTIR ini secara jelas menunjukkan fenomena semakin hilangnya pola serapan gugus O-H

(molekul air) seiring dengan semakin besar suhu kalsinasi yang digunakan tampak pada Gambar 4.1. berturut-turut dari pola serapan A. yang merupakan silika tanpa kalsinasi, pola serapan B. dengan kalsinasi 900°C dan pola serapan C. dengan kalsinasi 1100°C yang menunjukkan semakin berkurangnya pola serapan gugus fungsi dari O-H (molekul air) yang dimodelkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Pemodelan Gugus fungsi Silika Sebelum dan Setelah Kalsinasi

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Silika hasil dari proses sintesis pada pasir pantai Bancar yang dimanipulasi waktu hydrothermal dengan variasi 6 jam, 8 jam, 10 jam dan 12 jam, ternyata menghasilkan silika amorf dengan besar intensitas yang bervariasi menunjukkan bahwa variasi waktu hydrothermal pada suhu tertentu memberikan pengaruh terhadap fasa dari silika yang dihasilkan.
2. Hasil uji XRD mulai menunjukkan terbentuknya fasa kristal Tridymite pada suhu kalsinasi 900oC selama 10 jam dan kalsinasi di suhu 1100oC selama 10 jam hasil uji XRD menunjukkan kekristalan yang cukup baik, tampak tiga fasa kristal muncul yaitu ; Quartz 8,4%, Tridymite 14,2%, dan fasa kristal yang mendominasi adalah Cristobalite 77,4%.
3. Hasil karakterisasi FTIR secara jelas menunjukkan fenomena semakin hilangnya pola serapan gugus O-H (molekul air) seiring dengan semakin besar suhu kalsinasi yang digunakan.

Saran

Saran yang dapat disampaikan untuk pengembangan penelitian lebih lanjut antara lain:

1. Pada percobaan ini telah diperoleh silika amorf pada variasi waktu hydrothermal 6 jam, 8 jam, 10 jam dan

12 jam dengan suhu 90°C. Sehingga disarankan untuk menggunakan variasi suhu yang lebih tinggi, atau menggunakan variasi waktu *hydrothermal* yang lebih lama dengan harapan mendapatkan silika kristal tanpa kalsinasi.

2. Pada percobaan ini saat proses *hydrothermal* digunakan NaOH sebagai pembentuk natrium silikat dan sekaligus menjadi penyebab silika yang terbentuk mempunyai sifat amorf effect necking. Sehingga disarankan untuk mencoba menggunakan KOH dengan asumsi bahwa ion K⁺ mempunyai ukuran lebih besar dari ion Na⁺, dan juga berperan sebagai cover yang melindungi formasi silika tetap terjaga (Barrabino, 2011).

DAFTAR PUSTAKA

- Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara. (2005). Informasi Mineral dan Batubara. (Kelompok Program Teknologi Informasi Pertambangan) Retrieved Juny 2014, from <http://www.tekmira.esdm.go.id/data/PasirKwarsa/ulasan.asp?xdir=PasirKwarsa&commId=25&comm=Pasir%20Kwarsa>
- a b Kihara, K., Matsumoto, T., & Imamura, M. (1986). Structural change of orthorhombic-Itridymite with temperature: A study based on second-order thermal-vibrational parameters. *Zeitschrift für Kristallographie*, 177, 27–38.
- Barsoum, M. W. (2003). *Fundamental of Ceramic*. USA: Department of Materials Engineering, Drexel University.
- Basu, B., & Kantesh Balani. (2011). *Advanced Structural Ceramics*. Canada: Wiley-American Ceramic Society.
- Callister, J. W. (2007). *aterials Science and Engineering An Introduction Seven Edition*. USA: John Wiley and Sons, Inc.
- Hadi, S. M. (2011). *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi*. Surabaya: ITS.
- Hartiningsih, T. (2013). *Pengaruh variasi temperatur kalsinasi pasir silika sebagai bahan komposit anti korosi*. Surabaya: ITS.
- Holleman, W. (2001). *Inorganic Chemistry*. San Diego: Academic Press.
- Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia. (2009). *Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia*. Retrieved January 2014, from http://www.kkp.go.id/index.php/arsip/c/1048/Garis-Pantai-Indonesia-Terpanjang-Keempat-di-Dunia/?category_id=
- Kementrian Riset dan Teknologi Republik Indonesia. (2009, November). *Ristek*. Retrieved January 2014, from <http://www.ristek.go.id/?module=News+News&id=4749>
- Laboratorium Energi dan Rekayasa. (2010). *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Surabaya: LPPM ITS.
- Mori, H. (2003). Extraction of silicon dioxide from waste colored glasses by Alkalifusion using sodium hydroxide. *Journal of Ceramic Society of Japan*, 11, 376-381.
- Nittaya, T. A. (2008). Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method. *Chiang Mai J. Sci*, 206-211.
- Pratapa, S. (2004). *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X*. Surabaya: Jurusan FMIPA ITS.
- Rosenqvist, T. (1974). *Principles of Extractive Metallurgy*. Norwegia: Univety of Trondheim.
- Shinohara, Y., & Kohyama, N. (2004). Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite. *Industrial Health*, 42, 277–285.
- Surahmat Hadi, Munasir, & Triwikantoro. (2011). *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar*. *JURNAL FISIKA DAN APLIKASINYA*, 7.