

ANALISIS POROSITAS NANOSILIKA BERBASIS PASIR ALAM YANG DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Fitratun Nisak, Munasir

Lab Material Program Studi Fisika FMIPA Universitas Negeri Surabaya
Gedung C10 Kampus Ketintang UNESA Surabaya 60231
vietranisak@gmail.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi pH akhir terhadap profil silika (porositas dan surface area) dan massa silika yang dihasilkan. Dalam metode kopresipitasi, pasir Bancar dan NaOH 7M distiring sampai terbentuk larutan natrium silikat sebagai prekursor. Selanjutnya dilakukan titrasi dengan HCl 2M hingga terbentuk gel putih dengan variasi pH akhir masing-masing pH 7, pH 4 dan pH 1 dengan waktu aging 24 jam. Gel silika yang terbentuk dicuci untuk menghilangkan NaCl dan impuritas-impuritas lainnya agar diperoleh silika dengan kemurnian tinggi dilanjutkan dengan pengeringan gel silika di bawah lampu 100 watt. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kemurnian silika meningkat dengan penurunan pH dan ukuran diameter rata-rata silika meningkat dengan peningkatan pH. Kandungan Si rata-rata 95,3%. Luas permukaan area dan volume pori SiO₂ terbesar yaitu 43 m²/gram dan 11,22 cm³/gr. Diameter silika yang dihasilkan termasuk dalam kategori mesopori.

Kata kunci: nanopartikel, silika, metode Kopresipitasi, pasir Bancar

Abstract

This study aimed to determine the effect of variations in the final pH of the silica profile (porosity and surface area) and silica mass produced. In the coprecipitation method, Bancar sand mixed with NaOH 7M then stirred about 2 hour to form sodium silicate solution as precursor. Then spilled slowly with HCl 2M to form white gel with pH variation of each pH 7, pH 4 and pH 1 with aging time 24 hours. Silica gel which formed was washed to remove NaCl and other impurities in order to obtain high purity silica. then silica gel dried under 100 watt lamp. The results showed that the purity of silica increased with decrease in pH. The average content of silica is about 95.3%. the highest surface area and pore volume of silica respectively 43 m²/gram and cm³/gr 11.22. The diameter of silica is mesoporous categorized.

Keywords: nanoparticle, silica, Coprecipitation method, Bancar sand.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara dengan potensi sumber daya alam yang sangat melimpah diantaranya: pasir kuarsa, clay, batu gamping, trass, dolomit (Munasir, 2012). Dengan cadangan bahan baku silika yang melimpah dan potensi pasar yang masih terbuka lebar, apalagi saat ini kebutuhan mikrosilika dalam negeri masih dipenuhi oleh silika impor. Perlu dicarikan solusi agar sumber daya yang ada di Indonesia dapat dimanfaatkan secara optimal bagi perkembangan industri, sehingga diharapkan kekayaan sumber daya alam Indonesia dapat bernilai guna dalam menghadapi persaingan global untuk mengatasi keteringgalan dari negara lain.

Silikon dioksida merupakan bahan oksida yang terkandung sebanyak 63,2 wt% di dalam kerak bumi (Anonim, 2010). Silika telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai industri dengan berbagai ukuran partikel sampai skala mikron atau bahkan nanosilika. Silika merupakan material berpori dan menjadi bahan aplikasi utama

sebagai katalis. Telah dilakukan pembuatan nanokomposit dari silika dan kalsium untuk aplikasi perbaikan jaringan tulang (Zhongkui, et all., 2009). Adapun pemanfaatan silika yang lain adalah pada industri yang berkaitan dengan pharmaceutical, produksi pigmen, katalis dan keramik (Nozawa, et all., 2005). Berkaitan dengan aplikasi tersebut maka sangatlah penting untuk mengembangkan sebuah proses yang bisa memproduksi partikel dengan karakteristik yang terkontrol meliputi ukuran, morfologi, volume pori dan lain-lain.

Pemurnian silika yang diperoleh dari bahan alam organik kemudian disintesis hingga menjadi nanosilika telah banyak dilakukan. Antara lain telah berhasil disintesis nanosilika dari abu sekam padi dengan kemurnian 98% dengan menggunakan metode kopresipitasi (Nittaya, 2008). Bahkan dengan kadar kemurnian tinggi (> 99%) dari abu baggase/ limbah sampingan industri gula didapatkan luas permukaan silika 69 - 152 m²/gr, volume pori 0,059 - 0,137 cm³/gr

dan diameter pori 3,2 - 3,4 nm yang mengindikasikan silika mesopori (Samsudin, et all. 2009).

Mori, pada tahun 2003 telah dapat mengekstraksi silika dari limbah gelas kaca menggunakan metode alkalifusion dengan kemurnian silika sebesar 99%. Kemudian dengan metode yang sama dari pasir alam Slopeng menggunakan NaOH diperoleh kemurnian silika sebesar 89,50% dengan ukuran partikel < 100 nm (Sulthoni, 2010) dan dengan menggunakan KOH diperoleh kemurnian SiO₂ 99,2% dengan ukuran partikel ~80 nm (Widodo, 2011). Adapun sintesis silika berbasis pasir Bancar Tuban dengan metode kopresipitasi menggunakan NaOH diperoleh kemurnian silika 95,73% dengan ukuran partikel < 100 nm (Surahmat dkk, 2011).

Dari penelitian Sulthoni (2010) dan Widodo (2011) yang keduanya menggunakan metode alkalifusion dengan suhu peleburan NaOH+pasir dan KOH+pasir masing-masing menggunakan suhu 500°C dan 350°C, sedangkan pada penelitian Surahmat (2011) menggunakan metode kopresipitasi larutan NaOH+pasir distiring menggunakan suhu 80°C, sehingga terdapat penghematan energi sebesar 260°C untuk alkalifusion dengan NaOH dan 410°C dengan KOH.

Surahmat (2011) melaporkan dari molaritas NaOH (5M, 6M, 7M) yang digunakan ternyata molaritas NaOH 7M menghasilkan kemurnian silika tertinggi yaitu rata-rata 95,33%, kuantitas terbanyak rata-rata 1,98 gram, dan pada pH 1 terdapat fasa kristal yaitu quartz yang tidak ditemukan pada molaritas yang lain. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan Munasir (2012) mulai terbentuk amorf dan kristal (quartz) pada molaritas NaOH 7M dengan pH akhir 7.

Kelebihan metode kopresipitasi dibandingkan dengan metode alkalifusion antara lain: konsumsi energi yang cukup rendah yaitu < 100°C, waktu pembentukan sodium silikat yang merupakan prekursor adalah kurang dari 2 jam, dan metode kopresipitasi ini dilakukan dengan menggunakan peralatan yang relatif sederhana.

Berdasarkan kajian diatas, peneliti tertarik untuk melanjutkan penelitian sintesis silika dari bahan alam pasir Bancar Tuban menggunakan metode kopresipitasi, dimana natrium hidroksida (NaOH) sebagai senyawa pengekstraksi dengan waktu aging 24 jam. Pada penelitian ini mengkaji pengaruh pH akhir terhadap profil (porositas dan surface area) SiO₂ yang dihasilkan. Sampel SiO₂ hasil sintesis diharapkan memiliki kemurnian tinggi, memiliki surface area dan volume pori yang besar.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah: ayakan, gelas beker, pipet, spatula, corong, cawan, mortar, kertas saring, kertas pH, timbangan digital, magnetic stirrer, lampu pengering, XRF, SEM, BET.

Bahan

Beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: Pasir Bancar, NaOH 99%, HCl 37%, dan aquades.

Prosedur Penelitian

Sintesis silika dari pasir Bancar

Pasir Bancar dihaluskan dan diayak agar ukurannya homogen, lalu direndam dalam HCl 2M selama 12 jam untuk menghilangkan unsur-unsur lain dan impuritas lain selain silika. Kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dibawah lampu. Sebanyak 4 gram pasir Bancar ditambahkan NaOH 7M distiring selama 2 jam kemudian disaring. Larutan yang lolos saring ditambahkan aquades kemudian dititrasi dengan HCl 2M tetes demi tetes untuk mengontrol pH akhir mendekati 7-8 atau melanjutkan titrasi hingga mencapai pH akhir 4-5 dan 1-2.

Gel hasil titrasi yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam dilanjutkan dengan mencuci gel dengan aquades 300ml sebanyak 5 kali untuk menghilangkan NaCl. Gel silika disaring dan dikeringkan di bawah lampu hingga terbentuk bubuk silika.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji XRF

Pengujian XRF dilakukan untuk mengetahui unsur-unsur dan senyawa yang terkandung dalam suatu bahan baik berupa padatan maupun cairan. Pengujian XRF dilakukan di Universitas Negeri Malang. Dari hasil uji XRF pada ketiga sampel dengan variasi pH akhir 7, pH 4 dan pH 1 dapat diketahui beberapa senyawa dan unsur-unsur yang terkandung dalam pasir Bancar setelah proses sintesis. Dari pengujian XRF ini dapat diketahui prosentase kemurnian SiO₂ hasil sintesis dari pasir Bancar. Tabel 1 di bawah ini menunjukkan hasil pengujian XRF berupa senyawa yang terkandung pada pasir Bancar setelah proses sintesis.

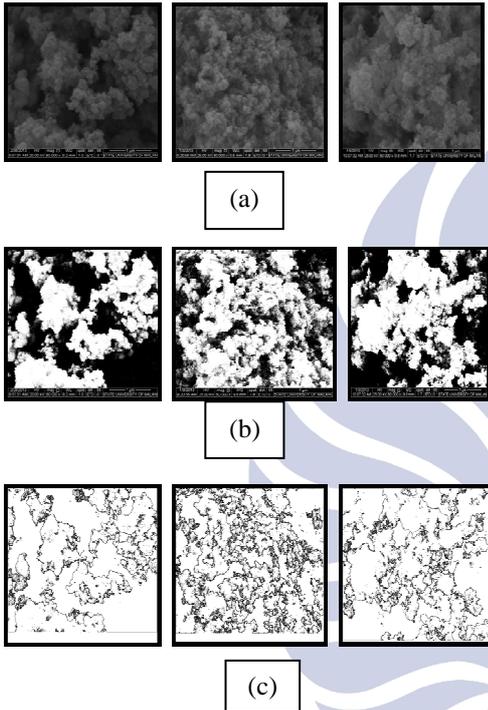
Tabel 1 Kandungan pasir Bancar setelah sintesis

Jenis sampel	Senyawa oksida penyusun (wt%)				
	SiO ₂	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	Lainnya
Silika komersial	99,20	0,43	0,16	0,13	0,08
pH 7	97,10	0,63	0,48	1,52	0,27
pH 4	96,10	0,47	0,53	2,77	0,13
pH 1	98,30	0,55	0,34	0,65	0,16
Pasir	76,80	20,50	0,34	0,67	1,69

Tabel 1 di atas menunjukkan bahwa kemurnian SiO₂ pada pH 7, pH 4 dan pH 1 berturut-turut yaitu 95,3%, 94,8% dan 95,8%. Kemurnian SiO₂ hasil sintesis lebih rendah dari kemurnian silika komersial. Hal ini dimungkinkan karena proses pencucian pasir yang dilakukan setelah pasir direndam dalam HCl dan pencucian setelah terbentuk gel silika perlu dilakukan lebih banyak lagi.

Hasil Uji SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk menganalisis morfologi dan topografi sampel. Pengujian SEM dilakukan di Universitas Negeri Malang. Pada pengujian SEM didapatkan foto SEM sampel silika pH akhir 7, pH 4 dan pH 1 dengan perbesaran 80.000 kali. Foto SEM sampel silika selanjutnya dianalisis dengan aplikasi *Image-J* untuk mendapatkan gambar *threshold* dan *outline* yang selanjutnya dianalisis untuk mengetahui ukuran luas permukaan dan diameter silika. Foto SEM, foto *threshold* dan foto *outline* dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini.



Gambar 1 Hasil uji SEM silika pH 7 (kiri), pH 4 dan pH 1 dengan perbesaran 80.000 kali. (a) Foto SEM awal (b) Foto *threshold*. (c) Foto *outline*.

Dari Gambar 1 di atas, foto SEM awal sampel silika dengan pH 7, pH 4 dan pH 1 kemudian dianalisis dengan menggunakan aplikasi *image-J* dengan fitur “*analyze particles*” untuk mendapatkan ukuran diameter maksimum, rata-rata dan minimum partikel silika menggunakan persamaan $D = 2\sqrt{A/\pi}$. Dimana D adalah diameter silika (nm), A adalah luas permukaan area (nm²) dan π adalah phi dengan nilai 3,14 atau $\frac{22}{7}$. Hasil analisa perhitungan diameter partikel silika dengan menggunakan aplikasi *Image-J* ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2 Analisa perhitungan luas permukaan dan diameter silika dengan *Image-J*

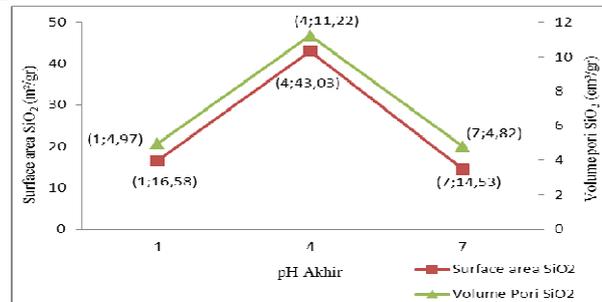
pH akhir	Diameter silika(nm)		
	Maksimal	Rata-rata	Minimal
7	1.509,03	29,10	4,03
4	2.158,84	29,59	4,09
1	2.544,29	32,13	4,03

pH akhir	Luas permukaan silika (nm ²)		
	Maksimal	Rata-rata	Minimal
7	1.787.577,53	664,65	12,76
4	3.658.567,00	687,10	13,13
1	5.081.615,73	810,14	12,75

Tabel 2 menunjukkan bahwa surface area cenderung mengalami penurunan pada pH yang semakin tinggi. Hal ini dikarenakan pada pH tinggi, ukuran partikel yang terbentuk menjadi lebih besar, sehingga kekuatan silika gel menurun karena derajat penggabungan berkurang. Hal ini mengakibatkan gel menjadi lemah dan tidak tahan terhadap penyusutan ketika dikeringkan (Iler, hal. 519). Ukuran diameter rata-rata SiO₂ semakin meningkat dengan penurunan pH akhir. Ukuran diameter maksimal SiO₂ yang mencapai 2.544,29 nm pada pH 1 merupakan hasil pengukuran software *Image-J* dari gerombolan partikel SiO₂ yang dianggap hanya satu partikel, sehingga ukuran diameter maksimal SiO₂ yang diperoleh dapat diabaikan karena bukan termasuk data yang diperlukan. Hasil analisa perhitungan diameter partikel SiO₂ dengan menggunakan aplikasi *Image-J* menunjukkan bahwa diameter SiO₂ dari ketiga sampel SiO₂ dengan variasi pH akhir 7, pH 4 dan pH 1 termasuk dalam material mesopori.

Hasil Uji BET

Pengujian BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan SiO₂ hasil sintesis dari pasir Bancar. Dari hasil uji BET didapatkan luas permukaan ketiga sampel dengan variasi pH akhir 7, pH 4 dan pH 1 masing-masing sebesar 14,53 m²/g, 43,03 m²/g, dan 16,58 m²/g. Hubungan pH akhir sintesa SiO₂ dari pasir Bancar dengan luas permukaan SiO₂ dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2 Grafik hubungan antara pH akhir dengan surface area dan volume pori SiO₂

Berdasarkan Gambar 2 di atas dapat diketahui bahwa surface area dan volume pori SiO_2 terbesar adalah pada pH akhir 4 yaitu $43,04 \text{ m}^2/\text{gram}$ dan $11,22 \text{ cm}^3/\text{gr}$. Hal ini dimungkinkan terjadi karena SiO_2 mulai terbentuk pada pH netral $\sim 7-8$ yang ditandai dengan terbentuknya gel putih SiO_2 dan pH 4 adalah rentang antara pH 7-8 dan 1-2 dimana pada rentang pH ini silika acid telah terbentuk semua sehingga partikel yang terbentuk setelah terjadi pembentukan gel silika memiliki ukuran yang kecil. Hal ini dapat menghasilkan surface area yang besar (Asy'hari, 2011). Volume pori dan surface area SiO_2 hasil sintesis mempunyai nilai yang tertinggi pada pH 4. Hal ini disebabkan karena ketika pH diturunkan, ukuran partikel menjadi lebih kecil dimana dengan semakin kecilnya ukuran partikel ini, gel secara mekanis lebih kuat dan lebih tahan terhadap penyusutan ketika dikeringkan, sehingga volume pori menjadi besar (Iler, hal 524).

Ucapan Terima Kasih

Pada kesempatan ini ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Bapak Munasir, M.Si. yang senantiasa meluangkan waktunya untuk membimbing dan mengarahkan penulis dalam penyelesaian penelitian ini.

PENUTUP

Simpulan

1. Sintesis silika dari pasir Bancar dengan metode kopresipitasi menghasilkan kemurnian rata-rata silika 95,3%. Kemurnian silika cenderung mengalami peningkatan pada pH yang semakin rendah.
2. Diameter silika yang dihasilkan termasuk dalam kategori mesopori. Diameter silika mengalami peningkatan pada pH yang semakin rendah.
3. Luas permukaan dan volume pori SiO_2 terbesar adalah pada pH 4 sebesar $43 \text{ m}^2/\text{gr}$ dan $11,22 \text{ cm}^3/\text{gr}$.

Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang sintesis nanosilika melalui metode *kopresipitasi* dan pengujian menggunakan analisis termogravimetri (TGA) untuk menetapkan stabilitas panas pada nanosilika. Selain itu, perlu juga dilakukan kalsinasi pada sampel nanosilika untuk mendapatkan kemurnian yang lebih tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2010. Mengenal silika sebagai unsur hara. Warta penelitian dan pengembangan pertanian. Volume 32. Nomor 3.
- Asy'hari, Khoirul Anwar., Afifuddin Amirulloh. 2011. Sintesa silika gel dari geothermal sludge dengan metode caustic digestion. Laboratorium Elektrokimia dan Korosi. Institut Teknologi Sepuluh Noverber.
- Hadi, Surahmat., Munasir., Triwikantoro., 2011. Sintesis silika berbasis pasir alam Bancar menggunakan metode kopresipitasi. Jurnal Fisika dan Aplikasinya. Volume 7. Nomor 2.

Iler, R.K. 1979. The Cemistry of Silica John Wiley and Son. New York.

Mori, Hidetsugu. 2003. Extraction of silicon dioxide from waste colored glasses by alkali fusion using sodium hydroxide. Journal of the Ceramics Society of Japan. 111 [6] 376-381.

Munasir., Surahmat Hadi., Triwikantoro., M. Zainuri., Darminto. 2012. Pengaruh molaritas NaOH pada sintesis nanosilika berbasis pasir Bancar dengan metode kopresipitasi. Prosiding Seminar Nasional Fisika Terapan. ISBN: 978-979-17494-2-8. Surabaya. Universitas Negeri Airlangga.

Nozawa, K., H. Gailhani, L. Raison, P. Panizza, H. Usaki. 2005. Langmuir. 21: 1516-1523.

Samsuddin, Affandy., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., Balgis R. 2009. A Facile Methode for Production of High Purity Silica Xerogel from Baggase Ash. Advanced Powder Technoogy. 20. 468-472.

Thuadaij, Nittaya., Apinon Nuntiya. 2008. Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash Prepared by Precipitation Methode. CMU J. Nat. Sci. Special Issues on Nanotechnology. Volume 7(1). 59-65.

Zhongkui, H., Liu, A., C., Xuesi, C., 2009. Preparation of Bioactive Glass Ceramic Nanoparticles by Combination of Sol-gel and Coprecipitaion Methode. Journal of Non Crystalline Solids 355: 368-372.