

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI KEKRISTALAN NANOSILIKA BERBASIS PASIR BANCAR

Hanna Nur Izzati

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: hannazzttt@gmail.com

Fitratun Nisak., Munasir

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: vietra@gmail.com, munasirmsc@yahoo.com

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan silika berukuran nano dengan kemurnian tinggi serta struktur kristalnya. Penelitian ini dilakukan dengan cara melarutkan pasir ke dalam 7M NaOH dan terbentuk larutan sodium silikat kemudian ditambahkan 2M HCl (pH 7, 4, 1). Setelah itu dikarakterisasi dengan FTIR, XRF, XRD, dan SEM. Hasil FTIR menunjukkan gugus fungsi yang khas dari silika, kemurnian silika sebesar 98%, silika tersebut berfasa amorf dengan diameter partikel 4,059 – 31,756 nm. Struktur kristal silika diperoleh dari pemanasan pada suhu 900°C selama 10 jam. Hasil *search match* menunjukkan setelah dikalsinasi pada suhu 900°C terjadi perubahan fasa dari amorf menjadi kristal.

**Kata Kunci:** Nanosilika, Kristal silika, Metode Kopresipitasi, Pasir Bancar.

### Abstract

The aims of this research is to nano-sized silica with high purity and crystalline structure. The sand dissolve with 7 M NaOH to form sodium silicate solution then added 2 M HCl (pH 7,4,1). The silica then characterized using FTIR, XRF, XRD, and SEM. FTIR results that the typical functional groups of silica, silica purity of 98%, the structure is amorphous with diameter of 4.059 to 31.756 nm. The crystal structure of silica obtained from heating at temperature of 900°C for 10 hours. Search match search results that after calcined at 900°C temperature phase change from amorphous to crystalline.

**Keywords :** Nanosilica, Silica crystalline, Coprecipitation, Bancar sand.

## PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang cukup melimpah, salah satu sumber daya alam yang berasal dari bahan galian adalah pasir kuarsa. Pasir kuarsa banyak ditemukan di daerah pesisir sungai, danau, pantai dan sebagian pada lautan yang dangkal. Sebagian besar kandungan dari pasir kuarsa adalah silika (SiO<sub>2</sub>) yaitu sebanyak 55,30 – 99,87wt%.

Silika banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi di bidang industri terutama dalam penggunaan silika pada ukuran partikel yang kecil sampai skala mikron atau bahkan nanosilika. Salah satu contoh silika dengan ukuran mikron diaplikasikan sebagai material bangunan, yaitu sebagai bahan campuran pada beton. Ukuran lainnya yang lebih kecil adalah nanosilika yang banyak digunakan pada aplikasi di industri ban, karet, cat, kosmetik, elektronik, dan keramik.

Silika dapat berupa kristal, amorf atau berwujud acak. 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). Silika yang merupakan material amorf dapat ditransformasikan menjadi struktur kristal melalui pemanasan pada suhu 850°C dan 1000°C selama 15 jam menggunakan KOH (Widodo, 2011). Sekam padi yang dipanaskan pada suhu 900°C mulai menjadikan silika berfasa *tridymite* dan *crystalite* (Yusmaniar, 2007).

## METODE PENELITIAN

### Alat 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), SEM (FEI Inspect S25), dan XRF (PANalytical Minipal 4).

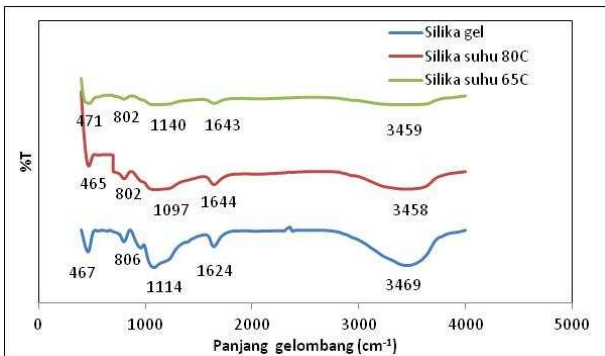
**Metode Sintesis Nanosilika**

Pasir kuarsa dihaluskan dengan mortar dan diayak hingga ukuran 200 mesh kemudian direndam dalam 2M HCl selama 24 jam. Setelah itu pasir dicuci dengan aquades dan dikeringkan. Pasir ditimbang sebanyak 4 gram kemudian dilarutkan dengan 7M NaOH 60 ml sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 3 jam dan pada suhu 65°C selama 4 jam dan dihasilkan larutan sodium silikat. Larutan sodium silikat disaring dan diambil larutan yang lolos saring kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C sambil ditetesi 2M HCl (pH 7, 4, 1). Silika dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dengan furnace pada suhu 100°C selama 24 jam. Untuk memperoleh fasa kristal, silika dikalsinasi pada suhu 500°C dan 800°C selama 5 jam.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Hasil Uji FTIR**

Gambar 1 merupakan hasil pengujian FTIR. Hasil spektra infra merah yang diambil pada panjang gelombang 4000 cm<sup>-1</sup> sampai 400 cm<sup>-1</sup> menunjukkan gugus fungsi yang khas dari silika. Pada panjang gelombang 3000-4000 cm<sup>-1</sup> menyatakan vibrasi dari gugus hidroksil. Panjang gelombang sekitar 1631 cm<sup>-1</sup> menunjukkan ikatan O-H atau molekul air. Sementara pada panjang gelombang 400-1500 cm<sup>-1</sup> menunjukkan beberapa bilangan gelombang tertentu yaitu sekitar 462, 802, dan 1101 cm<sup>-1</sup> yang merupakan Si-O *bond rocking*, OH *bending* (silanol), dan *Asymmetric Si-O-Si stretching in SiO<sub>4</sub> tetrahedron* (P.K. Jal dkk, 2004).



Gambar 1. Hasil FTIR silika

**Hasil Uji XRF**

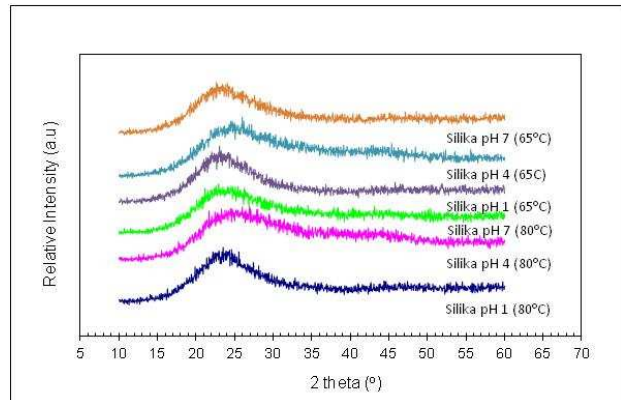
Tabel 1. Hasil XRF Silika

Jenis sampel	Senyawa Oksida Penyusun (wt%)			
	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Lainnya
1	96.00	0.52	2.38	1.10
2	98.10	1.03	0.26	0.61

Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui kemurnian silika jika dilihat dari senyawa penyusun, diperoleh persentase di atas 95%. Untuk silika yang disintesis pada suhu 80°C

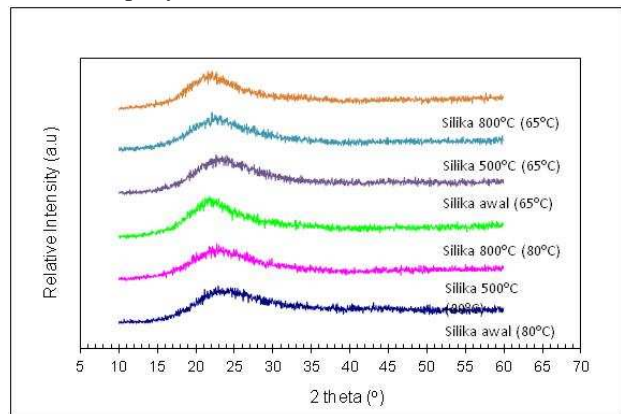
memiliki kemurnian 96% sedangkan untuk silika yang disintesis pada suhu 65°C memiliki kemurnian 98,1%. Selain SiO<sub>2</sub> ada beberapa senyawa lain yang terkandung dalam sampel yaitu CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan senyawa lain yang terdiri dari K<sub>2</sub>O, TiO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, MnO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiO, CuO, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Perbedaan kemurnian pada kedua sampel kemungkinan dipengaruhi oleh perlakuan pencucian Si(OH)<sub>4</sub> menjadi SiO<sub>2</sub>. Proses pencucian dilakukan untuk menghilangkan senyawa pengotor yang terbentuk selama proses sintesis. Semakin sering dilakukan pencucian dengan volume aquades yang semakin banyak, maka sampel yang dihasilkan akan semakin tinggi kemurniannya. Hasil XRF tersebut sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa sintesis silika dari bahan pasir alam dengan metode kopresipitasi pada pH akhir 7 memberikan kemurnian di atas 90% (Surahmat, 2011)

**Hasil Uji XRD**



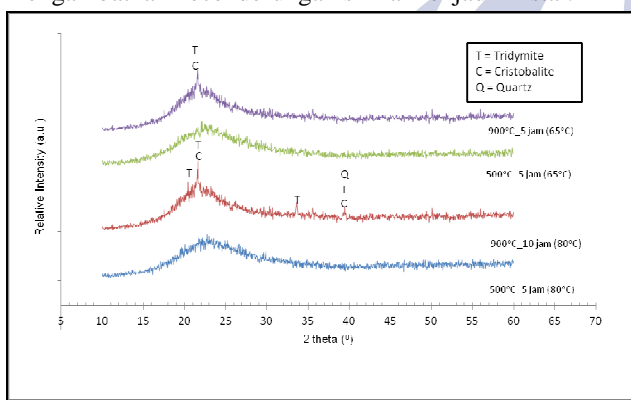
Gambar 2. XRD silika sebelum kalsinasi

Pola difraksi dari silika yang disintesis pada suhu 80°C dan 65°C menunjukkan pola yang melebar di sekitar 2θ = 21-22°. Silika dengan puncak melebar di sekitar 2θ = 20-22° menunjukkan struktur amorf (Kalapathy dkk, 2000). Dari data difraksi sinar-X pada Gambar 2 tidak ditemukan adanya puncak yang menunjukkan fasa tertentu. Dengan demikian, hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa silika mempunyai struktur amorf.



Gambar 3. XRD silika setelah kalsinasi 500°C dan 800°C

Sampel dikalsinasi pada suhu 500°C dan 800°C selama 5 jam dengan tujuan untuk mengubah struktur amorf silika menjadi kristal. Hasil XRD silika setelah dikalsinasi ditunjukkan pada Gambar 3. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka puncak akan semakin bergeser ke kiri. Hal ini sesuai dengan hukum Bragg, adanya pemanasan mengakibatkan nilai parameter kisinya semakin besar sehingga jarak antar bidang kisi (d) bertambah lebar dan nilai  $\theta$  bertambah kecil. Silika yang dikalsinasi pada suhu 500°C dan 800°C dengan *holding time* 5 jam belum ditemukan puncak, sehingga sampel tersebut masih berstruktur amorf. Akan tetapi perlakuan pemanasan tersebut menyebabkan adanya puncak yang semakin lancip, hal ini mengindikasikan bahwa perlakuan pemanasan pada suhu yang semakin tinggi akan mengakibatkan kecenderungan silika menjadi kristal.



Gambar 4. XRD silika setelah kalsinasi 900°C

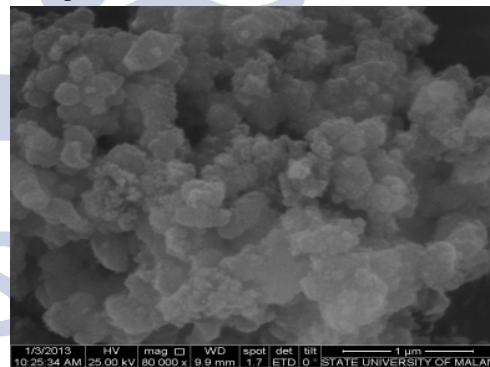
Fasa kristal belum ditemukan pada kalsinasi 500°C dan 800°C, oleh karena itu dilakukan pemanasan kembali untuk sampel yang dikalsinasi 500°C pada suhu lebih tinggi yaitu 900°C selama 10 jam. Pola difraksi sinar-X silika setelah pemanasan 900°C ditunjukkan oleh Gambar 4. Silika yang disintesis pada suhu 80°C dan setelah dikalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam mengakibatkan munculnya beberapa puncak yaitu pada sudut  $2\theta = 18,59^\circ, 20,48^\circ, 21,58^\circ, 33,65^\circ,$  dan  $39,48^\circ$ . Sedangkan untuk silika yang disintesis pada suhu 65°C dan setelah dikalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam menyebabkan munculnya puncak pada  $2\theta = 21,56^\circ$ . Munculnya puncak pada sudut-sudut tersebut memberi kemungkinan bahwa sampel tersebut berfasa kristal. Oleh karena itu, untuk membuktikan dilakukan analisa menggunakan software *match*.

Hasil *search match* untuk sampel silika yang disintesis pada suhu 80°C yang dipanaskan pada 900°C selama 10 jam, menunjukkan munculnya fasa *quartz* dengan persentase 14,4% (*Crystallography Open Database* (COD) No. 96-901-0145), fasa *tridymite* dengan persentase 41,7% (COD No. 96-901-3493), dan fasa *cristobalite* dengan persentase 43,9% (COD No. 96-901-3428). Sementara untuk sampel silika yang disintesis

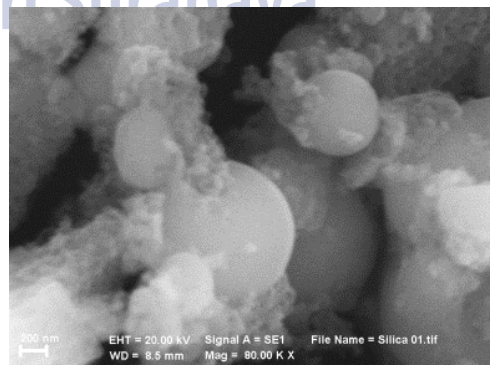
pada suhu 65°C teridentifikasi sebagai fasa *quartz* dengan persentase 26,5% (COD No. 96-901-1494), fasa *tridymite* 54,4% (COD No. 96-901-3492), dan fasa *cristobalite* 19,1% (COD No. 96-101-0955) seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.6. Perlakuan pemanasan pada suhu 900°C menyebabkan perubahan parameter kisi suatu fasa kristal. Jarak antar kisi semakin jauh sehingga jarak antar bidang akan semakin jauh pula. Sesuai dengan hukum Bragg, apabila jarak antar bidang (d) maka  $2\theta$  akan semakin kecil dan intensitas akan semakin tinggi sehingga mengubah struktur amorf menjadi kristal.

### Hasil Uji SEM dan Analisis Software Image-J

Gambar 5 merupakan morfologi silika sebelum kalsinasi dengan perbesaran 80.000x dan Gambar 6 merupakan morfologi silika setelah kalsinasi dengan perbesaran 80.000x. Permukaan sampel tidak merata yang terdiri dari gumpalan dan ada sebagian yang berbentuk bulat, hal ini mengindikasikan ukuran partikel silika yang cukup beragam. Silika sebelum dikalsinasi memiliki batas butir yang masih belum terlihat sedangkan silika setelah kalsinasi memiliki batas butir yang semakin terlihat jelas. Luas permukaan dan diameter partikel dapat diketahui dengan menggunakan *software Image-J*. *Image-J* merupakan software gratis yang bisa digunakan sebagai alternatif untuk mengetahui diameter sampel dengan mengolah hasil SEM, keakuratan software *Image-J* ini mencapai 80% (Candra dkk, 2011).



Gambar 5. Silika sebelum kalsinasi



Gambar 6. Silika setelah kalsinasi 900°C

Ukuran diameter silika sebelum kalsinasi adalah 4,059 – 31,756 nm sedangkan silika setelah kalsinasi

adalah 4,129 – 45,567 nm. Silika setelah kalsinasi 900°C memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Hal ini disebabkan terjadinya aglomerasi antar partikel silika pada suhu yang semakin tinggi.

## **PENUTUP**

### **Simpulan**

Ukuran partikel silika adalah 4,059 nm – 45,576 nm. Hasil FTIR menunjukkan gugus fungsi yang khas dari silika. Kemurnian silika yang disintesis pada suhu 80°C dan 65°C yaitu sebesar 96% dan 98%. Sisa saring larutan natrium silikat memiliki kandungan SiO<sub>2</sub> sebesar 98,9%.

Silika yang diekstrak dengan metode kopresipitasi memiliki struktur amorf. Perlakuan pemanasan pada suhu 500°C dan 800°C selama 5 jam mengakibatkan kecenderungan silika menjadi kristal. Hasil *search match* untuk silika 80°C menunjukkan persentase fasa *quartz* 14,4%, fasa *tridymite* 41,7%, dan fasa *crystalobalite* 43,9% dan silika 65°C menunjukkan persentase fasa *quartz* 26,5%, fasa *tridymite* 54,4%, dan fasa *crystalobalite* 19,1%.

### **Saran**

Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik maka ada beberapa saran untuk penelitian lebih lanjut. Sebelum proses perendaman pasir menggunakan HCl untuk menghilangkan unsur logamnya bisa juga direndam menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor lain seperti CaCO<sub>3</sub>. Penggunaan NaOH untuk sintesis dapat diganti dengan senyawa basa yang lain misalnya KOH. Pencucian endapan silika dilakukan menggunakan aquades yang lebih banyak untuk menghilangkan kandungan garam yang terbentuk. Kalsinasi silika untuk mengubah fasa amorf menjadi kristal dapat dilakukan pada suhu yang lebih tinggi dan dengan waktu penahanan yang lebih lama.

## **DAFTAR PUSTAKA**

- Candra K., Thomas B. W., dan Perdamean S. 2011. *Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Free Software Image-J*. Seminar Nasional Fisika Pusat Penelitian Fisika-LIPI 2011. ISSN:2088-4.
- Kalpathy., A. Proctor., J. Shultz. 2000. *A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash*. *Bioresource Technology* 73 (2000) 257-262.
- P.K. Jal, M. Sudarshan, A. Saha, Sabita P., dan B.K. Mishra. *Synthesis and Caraterization of Nanosilica Prepared by Precipitation Method*. *Colloids and Surfaces A : Physicochem. Eng. Aspects* 240 (2004) 173-178.
- Surahmat, Hadi., Munasir., dkk. 2011. *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar menggunakan Metode*

*Kopresipitasi*. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya* Volume 7, No 2 Juni 2011.

Widodo. 2011. *Sintesis Dan Karakterisasi Nanosilika Berbasis Pasir Bancar Dengan Metode Alkali Fusion Menggunakan Kalium Hidroksida (KOH)*. Skripsi, ITS.

Yusmaniar, B. Soegijono. 2007. *Pengaruh Suhu Pemanasan Pada Sintesis Silika Dari Abu Sekam Padi*. *Jurnal Lipi* Nomor: 536/D/2007.