

Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar menggunakan Metode Kopresipitasi

Surahmat Hadi,* Munasir, dan Triwikantoro
*Jurusan Fisika-FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
 Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 61111*

Intisari

Telah berhasil disintesis silika amorf dan kristal dengan metode kopresipitasi dari bahan pasir alam Bancar. Pasir direaksikan dengan NaOH 5M, 6M, 7M. Larutan disaring kemudian dititrasi dengan HCl 2 M sampai pH akhir mendekati 7-8, 5-4, 1-2. Hasil sintesis di panaskan pada suhu 80° selama 4 jam. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan XRD, XRF dan SEM. Kristal silika ditemukan pada sampel dengan molaritas 7 M pada pH 1-2. Kemurnian Si tertinggi dihasilkan pada pH 1-2 rata-rata 95,73% dan molaritas NaOH 7 M dengan rata-rata 95,33% dari bahan pasir seberat 4 gram. Berdasarkan hasil SEM teramati partikel-partikel kecil membentuk partikel besar (ber-aglomerasi). Partikel kecil yang tidak ber-aglomerasi teramati berukuran < 100 nm.

KATA KUNCI: silika amorf, silika kristal, kopresipitasi, pasir alam Bancar

I. PENDAHULUAN

Bahan oksida khususnya silika (SiO₂) telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi. Pemanfaatan silika yang paling familiar dan komersial adalah sebagai bahan utama industri gelas, dan kaca serta sebagai bahan baku pembuatan sel surya. Beberapa tahun terakhir pemanfaatan silika dan kalsium yang dibuat nanokomposit menjadi kandidat bahan bioaktif yang menjanjikan untuk aplikasi perbaikan jaringan tulang [1], serta aplikasi di industri yang berkaitan dengan produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik, dan katalis [2].

Pemurnian silika yang diperoleh dari bahan alam kemudian disintesis hingga menjadi nanosilika, dan telah berhasil disintesis nanosilika dari abu sekam padi dengan kemurnian 98% dengan menggunakan metode kopresipitasi [3] dan dengan menggunakan *high energy milling* [4]. Bahkan telah berhasil diperoleh silika dengan kadar kemurnian tinggi (> 99%) dari abu/limbah sampingan industri gula [5].

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir kuarsa dari pantai Bancar Tuban Jawa Timur dengan kandungan unsur seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Larutan HCl 37%, NaOH dan aquades. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker ukuran 300 ml, 400 ml, 600 ml, gelas ukur, pipet spatula logam dan kaca corong kaca, cawan keramik, mortar, aluminium foil, kertas saring, kertas pH, *magnetic stirrer*, timbangan digital, lampu untuk pengering, XRD, XRF dan SEM.

Pasir Bancar direndam dalam 2 M HCl selama 12 jam kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan. Timbang

TABEL I: Kandungan Unsur dalam Pasir Bancar

No	Unsur	Pasir Bancar (wt%)
1	Si	69,3
2	K	4,52
3	Ca	7,50
4	Ti	0,55
5	Mn	0,20
6	Fe	2,01
7	Cu	0,095
8	Br	15
9	Ba	0,43

pasir 4 gram untuk direaksikan dengan NaOH 5 M, 6 M, 7 M kemudian disaring. Larutan lolos saring ditambah air kemudian dititrasi sedikit demi sedikit dengan HCL dengan mengontrol pH mendekati 7-8. Setelah terbentuk gel silika hentikan titrasi untuk kondisi pH 7-8 atau lanjutkan titrasi sampai pH akhir 4-5 dan 1-2.

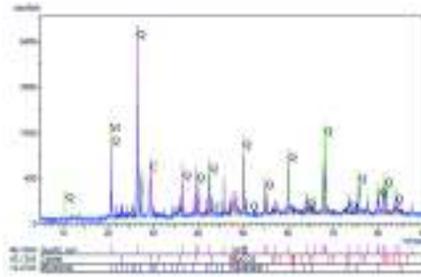
Cuci gel hasil titrasi dengan aquades untuk menghilangkan NaCl sampai lima kali dengan aquades 300 ml. Saring gel silika kemudian keringkan dibawah bolam dengan suhu 80°C. Setelah kadar air hilang, gerus dengan mortar sehingga didapatkan serbuk silika.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

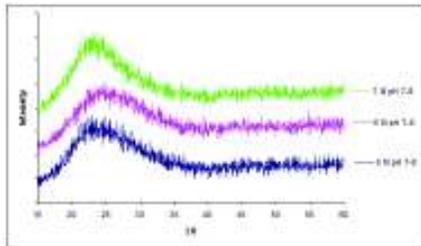
Pola Difraksi Sinar X

Gambar 1 menunjukkan hasil search match pola difraksi sinar X pasir Bancar yang belum dilakukan treatment. Fasa yang teridentifikasi ada tiga, yaitu quartz, calcite dan microcline. Fasa SiO₂ quartz, sesuai dengan PDF nomor 46-1045, fasa calcite sesuai dengan database PDF nomor 47-1743 dan microcline sesuai dengan databaser PDF nomor 12-0703

*E-MAIL: surahmat09@mhs.physics.its.ac.id



Gambar 1: Hasil search match pola difraksi pasir Bancar sebelum proses ekstraksi. (Q = quartz, M = microcline, C = Calcite)



Gambar 2: Perbandingan pola difraksi Silika dengan variasi molaritas NaOH pada pH 7-8

dan microcline sesuai dengan database PDF nomor 12-0703. Quartz merupakan salah satu fasa kristal dari SiO₂ selain tridymite dan cristobalite. Intensitas 100% berada pada posisi 2θ = 26,61900° dan teridentifikasi sebagai fasa quartz.

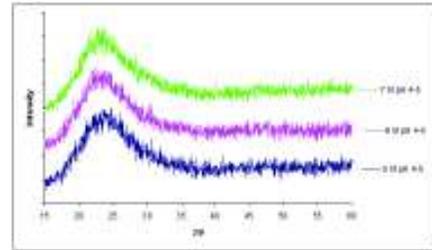
Pada metodologi penelitian divariasikan molaritas NaOH 5M, 6M, 7M dan pH akhir saat titrasi 7-8, 4-5, 1-2.

Pola Difraksi Sinar-X Silikon Dioksida Hasil Sintesis

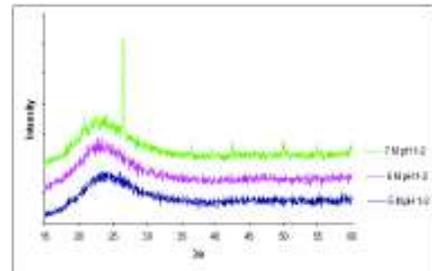
Pada metode penelitian disebutkan bahwa sintesis dilakukan dengan memvariasikan molaritas NaOH yang digunakan dengan pH terakhir saat titrasi dengan HCl.

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan pergeseran posisi puncak. Hal ini dimungkinkan terjadi karena SiO₂ mulai terbentuk pada pH netral 7-8 kemudian proses titrasi dihentikan, sehingga dimungkinkan masih banyaknya impuritas yang belum tereduksi sempurna. Molaritas NaOH juga berperan besar dalam proses pembentukan sodium silikat untuk menghasilkan SiO. Pada molaritas 5 M terlihat perbedaan puncak dengan molaritas NaOH 6 M dan 7 M. Hal ini disebabkan tidak seluruhnya SiO₂ bereaksi dengan NaOH untuk membentuk Na₂SiO₃ secara menyeluruh. Sehingga menyebabkan karakter puncak dari molaritas 5 M bergeser seperti terlihat pada Gambar 2.

Dari Gambar 3 diatas tidak banyak informasi yang dapat didapat karena posisi puncak yang hampir sama. Jika dilihat dari hasil akhir SiO₂ yang dihasilkan rata-rata terbanyak terjadi pada pH ini dari ketiga metode yang dilakukan. Hal ini dimungkinkan karena senyawa oksida-oksida impuritas belum tereduksi semua dan pada pH ini adalah rentang antara ph 7-8



Gambar 3: Perbandingan pola difraksi Silika dengan variasi molaritas NaOH pada pH 4-5



Gambar 4: Perbandingan pola difraksi Silika dengan variasi molaritas NaOH pada pH 1-2

dan 1-2 dimana pada rentang pH ini silika acid telah terbentuk semua sehingga mengakibatkan pada pH ini rata-rata berat SiO₂ yang dihasilkan > 2 gr

Dari gambar 5 diatas dapat dilihat bahwa molaritas pada pH 1-2 tidak banyak berpengaruh pada posisi puncak dari difraksi sinar-X. Hal ini disebabkan pada pH 1-2 hampir seluruh oksida tereduksi, ini ditandai dengan berat SiO₂ yang rata-rata menurun jika dibandingkan dengan berat SiO₂ pada pH 4-5. Hal ini bisa dibuktikan dari kandungan unsur dari uji XRF pada Tabel 3

Terdapat fenomena yang menarik untuk salah satu sampel pada molaritas 7 pH 1 terdapat fasa kristal yaitu quartz dimana tidak ditemukan pada molaritas yang lain pada pH 1. Penelitian yang lain dilakukan (Munasir 2011) terbentuk polikristal pada molaritas 7 dengan pH akhir 7.

Ada kecenderungan pembentukan massa hasil sintesis pada pH 4-5 lebih besar jika dibandingkan dengan pH 1-2. Hal ini

TABEL II: Perbandingan massa silika hasil sintesis

Metode	Molaritas NaOH	pH	Pasir (gr)	Massa hasil sintesis (gr)
I	5 M	1-2	4,0248	1.6542
		4-5	4,0122	1.8444
		7-8	4,0062	0.6144
II	6 M	1-2	4,0013	1.8974
		4-5	4,0171	2.6291
		7-8	4,0223	0.7188
III	7M	1-2	4,0437	0.6182
		4-5	4,0203	3.6463
		7-8	4,0532	1.6762

TABEL III: Kandungan Unsur dalam Pasir Bancar

No	Unsur	Pasir Bancar (wt%)
1	Si	69,3
2	K	4,52
3	Ca	7,50
4	Ti	0,55
5	Mn	0,20
6	Fe	2,01
7	Cu	0,095
8	Br	15
9	Ba	0,43

disebabkan silika gel mulai terbentuk pada pH 7-8 dan mengalami titik jenuh pada pH 4-5 ditambah dengan impuritas yang belum tereduksi semua pada pH 4-5 ini. Dari data hasil XRF Tabel 4. dapat dilihat pada pH 1-2 senyawa-senyawa oksida mengalami penurunan. Unsur-unsur seperti Na, Al, Ca, Ti dan Cu dapat larut dalam larutan asam kuat. Sehingga unsur-unsur selain Si dapat diminimkan atau tereduksi sempurna.

Penelitian sebelumnya sintesis pasir alam Slopeng dengan menggunakan metode alkali fusion (*Sulthoni 2010*)? dan penelitian dengan metode alkali fusion menggunakan KOH (*Widodo 2011*)?. Pada kedua penelitian tersebut NaOH + pasir dan KOH + pasir masing-masing dileburkan pada suhu 500°C dan 350°C, sedangkan kopresipitasi larutan NaOH + pasir distiring menggunakan suhu dibawah 100°C atau tepatnya sekitar 90° jadi ada penghematan energi sebesar 260°C untuk alkali fusion dengan NaOH dan 410°C dengan KOH jadi ada penghematan energi yang cukup signifikan sebesar 74% dan 82%.

Penghematan waktu pembuatan sodium silikat yang cukup singkat kurang dari 2 jam jika dibandingkan dengan alkali fusion yang membutuhkan waktu cukup lama untuk pembentukan sodium atau kalium silikatnya. Waktu yang diperlukan untuk pengendapan potasium silikatnya sekitar 24 jam ini tidak dijumpai pada metode kopresipitasi.

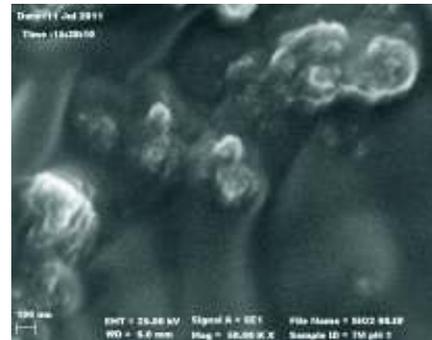
Jika sodium silikat sudah terbentuk maka bisa dilanjutkan pada proses titrasi untuk mendapatkan silika acid. Total waktu yang diperlukan untuk pembentukan silica acid dari proses awal kurang dari 3 jam. Penggunaan NaOH dan KOH yang cukup banyak untuk proses pembakaran (*fusion*) jika dibandingkan dengan NaOH yang dibutuhkan pada metode kopresipitasi.

Morfologi Silikon Dioksida (SiO₂)

Berdasar hasil pengamatan SEM dapat dilihat partikel SiO₂ ukuran dibawah seratus nano dapat teramati walaupun sebagian besar tampak kumpulan partikel-partikel kecil yang menyatu membentuk partikel besar (beraglomerasi) Hal ini sebenarnya sudah dapat diprediksikan sebelumnya dengan melihat hasil XRD dimana sampel tersebut adalah salah satu sampel yang terbentuk kristal quartz dari hasil XRD serta search match yang dilakukan. Sampel ini mempunyai puncak-puncak yang intensitasnya tidak terlalu tinggi tetapi melebar,



Gambar 5: Morfologi SEM SiO₂ dengan molaritas NaOH 7 M pada pH akhir saat titrasi 4-5



Gambar 6: Morfologi SEM SiO₂ dengan molaritas NaOH 7 M pada pH akhir saat titrasi 1-2

dimana hal itu merupakan salah satu karakteristik dari material yang berukuran nano.

Usaha untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi dan ukuran partikel dalam skala nanometer menggunakan metode kopresipitasi dilakukan beberapa perlakuan awal. Salah satu perlakuan yang dilakukan adalah merendam pasir dalam larutan HCl 2 M selama 12 jam. Perlakuan ini berbeda dengan perlakuan-perlakuan yang sering digunakan dalam jurnal yaitu menggunakan perlakuan suhu. Dengan perlakuan perendaman ternyata dapat mereduksi impuritas-impuritas yang ada dalam pasir sebelum dilanjutkan dalam proses sintesis.

Penggunaan variasi molaritas dan ph akhir saat titrasi dalam penelitian ini untuk mendapatkan kemurnian dan ukuran yang ingin dicapai. Dari molaritas yang digunakan ternyata molaritas tertinggi yaitu 7 M menghasilkan kemurnian Si tertinggi yaitu rata-rata 95.33% dan kuantitas terbanyak rata-rata 1,98 gr. Sebaliknya untuk pH akhir saat titrasi menghasilkan kemurnian Si tertinggi pada pH 1-2 rata-rata 95,83%.

Kombinasi dari molaritas dan pH akhir saat titrasi ternyata menghasilkan sampel yang berbeda dari 9 sampel yang ada yaitu sampel pada molaritas 7 M dan pH 1-2. Dari Gambar 7 sampel yang dihasilkan ternyata terbentuk kristal dimana fase yang teridentifikasi yaitu quartz. Sampel ini berbeda dengan delapan sampel yang lain yang berupa amorf.

Menurut peneliti hal ini dimungkinkan dapat terjadi karena

TABEL IV: Kandungan Unsur dalam Pasir Bancar setelah Proses Sintesis

Unsur	% Berat								
	Metode I (5M)			Metode 2 (6 M)			Metode 3 (7 M)		
	pH 1-2	pH 4-5	pH 7-8	pH 1-2	pH 4-5	pH 7-8	pH 1-2	pH 4-5	pH 7-8
Si	95,9	94,8	90,2	96,2	96,8	83,7	95,4	95,6	95,0
K	-	-	0,33	-	-	0,33	0,1	0,25	0,16
Ca	1,0	0,96	71,1	1,0	1,00	1,2	0,98	1,1	1,0
Ti	0,76	0,79	0,57	0,43	0,81	0,20	0,77	0,70	0,81
V	0,06	0,06	0,03	0,04	0,05	-	0,05	70,04	0,05
Cr	-	-	0,077	-	-	-	-	0,086	-
Mn	-	0,15	0,16	0,12	-	0,15	0,11	0,13	0,14
Fe	2,10	3,01	7,12	1,88	1,18	5,96	2,44	1,6	2,68
Cu	0,14	0,13	0,16	0,10	0,13	0,13	0,11	0,12	0,11
Br	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ba	-	0,1	0,2	0,2	-	0,2	-	0,4	-
Al	-	-	-	-	-	8,1	-	-	-

molaritas dan pH pada penelitian ini berfungsi sebagai driving force dalam pembentukan kristal. Pembentukan fasa biasanya menggunakan perlakuan suhu yang banyak membutuhkan konsumsi energi dan membutuhkan waktu yang lama, sedangkan metode kopresipitasi hanya membutuhkan waktu sampai terbentuknya sampel kurang dari 4 jam. Jika dibandingkan dengan metode lain semisal alkali fusion yang biasa digunakan untuk mengekstrak pasir atau limbah gelas metode ini jauh lebih hemat dalam hal konsumsi energi serta hasil sintesis yang dapat menghasilkan kristal dengan fase quartz ini tidak dijumpai dalam metode alkali fusion. Jika dilihat dari morfologi SEM teramati ukuran partikel dalam skala kurang dari 100 nm untuk sampel dengan pH 1-2 dengan molaritas 7 M, sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel ini merupakan SiO₂ kristal dalam lautan amorf.

IV. SIMPULAN

1. Menggunakan metode kopresipitasi dapat dibuat silika dengan prosentase tertinggi kandungan Si rata-rata 95,73% pada pH 1-2 dengan molaritas 5 M, 6 M, 7 M.
2. Menggunakan metode kopresipitasi dapat dibuat silika dengan prosentase tertinggi kandungan Si rata-rata 95,33% pada molaritas NaOH 7 M dengan pH 1-2, pH 4-5, pH 7-8.
3. Berdasarkan analisis XRD, fasa yang terbentuk adalah silika amorf dan silika kristal dengan struktur quartz ukuran ≤ 100 nm

-
- [1] Zhongkui, H., Liu, A., Li, C., Xuesi, C., *Journal of Non-Crystalline Solids* **355**: 368-372 (2009).
- [2] Nozawa, K., H.Gailhano, L.Raison, P.Panizza, H.Usiki, *Langmuir*, **21**: 1516-1523 (2005).
- [3] Nittaya, T., Apinon, N., *Chiang Mai J. Sci.* **35(1)** : 206-211(2008).
- [4] Van, Hoek., Winter, R., *Phys Chem Glass*, **43C**, 80 (2002).
- [5] Samsudin, A., Heru, S., Sugeng, W., Agus, P., Ratna, B., *Adv. Pow. Tech* **20** : 468-472 (2009).
- [6] Yang, M., Wang, G., Zhenzhong, *Materials Chemistry and Physics*, **111**: 5-8 (2008).
- [7] Yamagata, C., Ussui V., Andrade, J.O.A. Paschoal., *Synthesis of Nanosilica Powders by Recovering an Effluent from Pure Zirconia Powder Production Process via Wet Chemical Processing*, CEP 05422-970, Sao Paulo Brasil.
- [8] Zhao, S. Ji, Z. Wang, C. Du, J., *Synthesis of mesoporous SiO₂ glass by novel chemical method*, Hongzho, 2006.