

Pengaruh Variasi NaOH terhadap Karakteristik Nanosilika Berbasis Batu Apung

Nurqori Setiawati^{(1)*}, Posman Manurung⁽¹⁾ dan Simon Sembiring⁽¹⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1 Gedung Meneng Bandar Lampung 35145

*E-mail:nurqorisetiawati@yahoo.co.id

Diterima (25 Maret 2018), direvisi (15 April 2018)

Abstract. Nanoparticle of silica from pumice rock has been synthesized by using extracted method of NaOH with varying of 2,5 M and 3,5 M. The pumice was extracted using NaOH, silica titration using H_2SO_4 and purification of silica using HCl. The solution was calcination at $700^\circ C$ for 2 hours. The XRD result showed that diffraction pattern of amorphous silica. The EDS result confirmed the purity of silica for NaOH 3,5 M were 75,84%. Particle size from TEM result is $(11,32 \pm 0,922)$ nm for NaOH 3,5 M. The surface area for NaOH of 2,5 M and 3,5 M are $178,7$ m²/g and $186,2$ m²/g respectively.

Keywords : pumice, nanosilica, NaOH and surface area.

Abstrak. Nanopartikel silika berbasis batu apung telah disintesis menggunakan metode ekstraksi dengan variasi NaOH 2,5M dan 3,5M. Batu apung yang telah dipreparasi kemudian diekstraksi menggunakan NaOH, titrasi menggunakan H_2SO_4 dan pemurnian menggunakan HCl. Setelah itu sampel dikalsinasi pada suhu $700^\circ C$ selama 2 jam. Hasil XRD menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan secara umum adalah fasa amorf. Hasil EDS memberi informasi bahwa kemurnian silika yang dihasilkan untuk NaOH 3,5 M sebesar 75,84%. Ukuran partikel yang dihasilkan dari hasil TEM sebesar $11,74 \pm 0,92$ nm pada NaOH 3,5 M. Nanosilika yang dihasilkan memiliki luas permukaan sebesar $178,7$ m²/g pada NaOH 2,5 M dan $186,2$ m²/g pada NaOH 3,5 M dari hasil BET.

Kata kunci: batuapung, nanosilika, NaOH dan luas permukaan.

PENDAHULUAN

Silika merupakan senyawa kimia dengan beberapa karakteristik khusus diantaranya bahan dielektrik yang sangat baik, bersifat stabil secara kimia, tahan terhadap asam dan basa dan memiliki karakteristik insulator yang baik [1]. Dengan karakteristik tersebut, silika banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang diantaranya bidang industri, bidang elektronik, dan bidang kesehatan [2].

Silika dapat diperoleh dari nabati, sintesis dan mineral. Silika nabati biasanya diperoleh dari tumbuh-tumbuhan dengan aplikasi yang cukup luas. Sedangkan silika

sintesis merupakan silika yang banyak dijual dipasaran dan memiliki kekurangan yaitu harganya yang relatif mahal [3]. Alternatif lain untuk mendapatkan silika yaitu dengan silika mineral. Silika mineral merupakan silika yang banyak dihasilkan dari proses pertambangan yang memiliki banyak mineral. Mineral-mineral tersebut berasal dari batuan beku yang mudah didapatkan di daerah gunung berapi. Indonesia khususnya Lampung merupakan salah satu lokasi yang terdapat gunung berapi dan menghasilkan banyak batuan beku. Salah satu batuan beku yang paling banyak dihasilkan yaitu batu apung [4].

Kandungan silika dalam batu apung mendekati 60%.

Penelitian terdahulu terkait silika dari batuan yaitu penelitian [5] yang menggunakan batu perlit. Metode yang digunakan yaitu pelarutan dengan NaOH pada suhu kamar. Hasilnya yaitu berupa serbuk silika amorf. Kemudian penelitian [6], batu apung dilarutkan dengan NaOH 2 M, kemudian residu yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu 750 °C, silika yang dihasilkan masih berupa amorf. Namun penelitian-penelitian tersebut belum mendapatkan silika dengan ukuran nano. Penelitian terkait silika nano yaitu [7] menghasilkan silika amorf berukuran nano (8 - 10 nm) dari ekstraksi abu dengan konsentrasi NaOH yang digunakan 2 M. Dengan beberapa referensi tersebut NaOH dengan konsentrasi molar yang sama memiliki karakteristik silika yang berbeda, namun belum termasuk dalam hal mendapatkan silika berbasis batuan berskala nano. Silika dengan ukuran nano lebih fleksibel jika diaplikasikan salah satunya yaitu sebagai penyangga untuk fotokatalis [8].

Atas dasar latar belakang yang dikemukakan, penelitian ini mempelajari lebih lanjut terkait pengaruh variasi NaOH terhadap karakteristik silika berbasis batu apung. Batu apung yang diteliti berasal dari daerah pantai Pasir Putih Lampung Selatan. Metode yang digunakan menggunakan metode ekstraksi [5] dengan penggunaan suhu 100 °C pada variasi konsentrasi NaOH selama proses ekstraksi.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah batuapung pantai Pasir Putih Lampung Selatan, NaOH 99% (Merck), H₂SO₄98% (JT Baker), HCl 36-38% (JT Baker) dan air destilasi. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: kondensorrefluks, pengaduk magnet plus

batang magnet, neraca digital, pompavakum, oven, mortar danalu, gelasukur, pipettes, spatula, termometer, kertas lakmus untuk mengukur pH dan kertas saring.

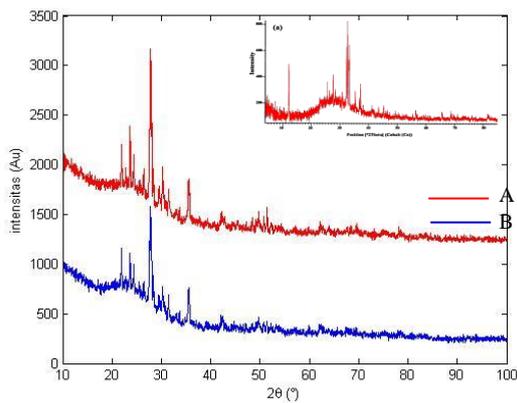
Batu apung dicuci menggunakan air destilasi. Kemudian dikeringkan pada temperatur 80-100°C selama 12 jam. Setelah itu, batu apung digerus menggunakan mortar. Batu apung yang telah menjadiserbuk selanjutnya diayak menggunakan ayakan 45 µm lalu dicuci dengan akuabides. Serbuk kemudian dipanaskan pada temperatur 450°C selama 4 jam. Serbuk kemudian disiapkan untuk proses ekstraksi.

Proses ekstraksi adalah pelarutan serbuk batu apung dengan konsentrasi NaOH yang berbeda untuk dua sampel. Sampel A (2,5M) dan sampel B (3,5M). Ekstraksi dilakukan dengan pemanasan 100 °Csambil diputar 300 rpm selama 24 jam. Bubur hasil ekstraksi kemudian disaring lalu dicuci dengan air destilasi yang panas. Selanjutnya dilakukan proses titrasi dengan larutan H₂SO₄ (5M) hingga pH = 7. Gel hasil titrasi kemudian didiamkan pada temperature kamar selama 24 jam, lalu disaring dan dicuci dengan air destilasi. Setelah itu gel dikeringkan pada temperatur 80°C selama 24 jam. Gel yang telah menjadi serbuk selanjutnya dilarutkan dengan larutan HCl (1M) pada temperatur 110°C selama 3 jam untuk menghilangkan pengotor. Setelah itu dilakukan filtrasi menggunakan air destilasi dan dikeringkan pada temperatur 110°C selama 12 jam. Serbuk kemudian kalsinasi pada temperatur 700°C selama 2 jam. Serbuk yang dihasilkan lalu dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS, TEM, dan SAA metode BET.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisis XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa sampel secara umum. Hasil dari analisis pola XRD kedua sampel ditunjukkan pada **Gambar 1**. Secara umum **Gambar 1** menampilkan tipe difraktogram XRD amorf yang ditandai dengan latar belakang tinggi ke rendah berawal dari sudut 2θ sebesar 10° hingga 35° [6]. Terdapat beberapa puncak yang hadir dan dilakukan pencocokan data dengan data PCPDFWIN 1997. Puncak berupa mineral anortit yang memiliki rumus kimia $CaAl_2(Si_2O_8)$. Intensitas 2θ terbesar berada pada sudut 27,74°; 27,98° dan 23,64° (JCPDS 41-1486) untuk sampel A.



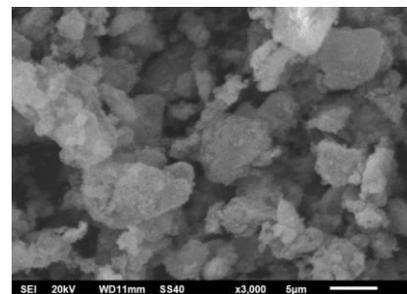
Gambar 1. Difraktogram XRD sampel A (2,5M) dan B (3,5M). Panjang gelombang sinar-X yang digunakan adalah 1,54 Å.

Kemudian pada sudut 2θ sebesar 27,73°; 27,98° dan 23,64° (JCPDS 41-1486) untuk sampel B. Mineral anortit merupakan mineral pembentuk batuan terbanyak sekitar 54% dalam kerak bumi (Rutley, 1879).

Hasil Analisis SEM-EDS

Uji SEM-EDS dilakukan pada sampel B untuk mengetahui morfologi permukaan dan kandungan sampel secara umum. Mikrostruktur sampel B ditunjukkan pada **Gambar 2**.

Pada **Gambar 2** memperlihatkan morfologi permukaan sampel B yang menunjukkan permukaan dengan butiran yang cenderung membentuk bulatan walaupun tidak sempurna. Butiran yang ditandai dengan bulatan menandakan bahwa sampel tersebut semakin banyak memiliki pori. Kemudian hasil analisis EDS berupa komposisi kimia sampel B dapat dilihat pada **Tabel 1**.



Gambar 2. Morfologi permukaan sampel B (3,5M).

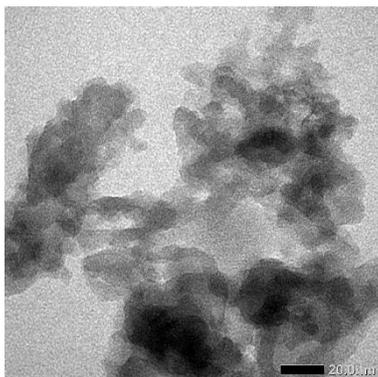
Tabel 1. Komposisi kimia sampel B

Unsur	Energi Kα (KeV)	Massa %	Error %	Senyawa	Massa %
C	0,277	16,39	0,48	C	16,39
O	-	43,31	-	-	-
Mg	1,253	0,14	0,37	MgO	0,24
Al	1,486	1,18	0,38	Al ₂ O ₃	2,22
Si	1,739	35,45	0,42	SiO ₂	75,84
Ca	3,690	0,57	0,44	CaO	0,80
Ti	4,508	1,87	0,64	TiO ₂	3,11
Fe	6,398	1,08	0,89	FeO	1,39

Dari **Tabel 1** dapat diinformasikan bahwa senyawa silika lebih dominan yaitu sebesar 75,84%. Ada kontaminan terbesar yaitu unsur C. Hal ini dapat disebabkan karena kontaminasi batang magnet berunsur C yang direaksikan dengan NaOH menggunakan suhu 100 °C selama 24 jam. Seperti diketahui NaOH dapat merusak batang magnet berbungkus teflon. Sedangkan senyawa oksida lain merupakan senyawa yang terkandung dalam batu apung.

Hasil Analisis TEM

Analisis TEM dilakukan pada sampel B untuk mengkonfirmasi ukuran partikel secara umum. Hasil foto TEM sampel B ditunjukkan pada **Gambar 3**.

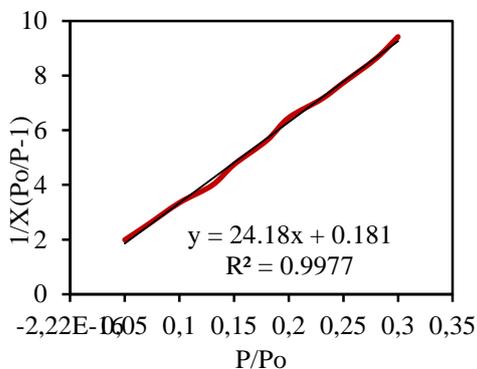


Gambar 3. Hasil TEM sampel B

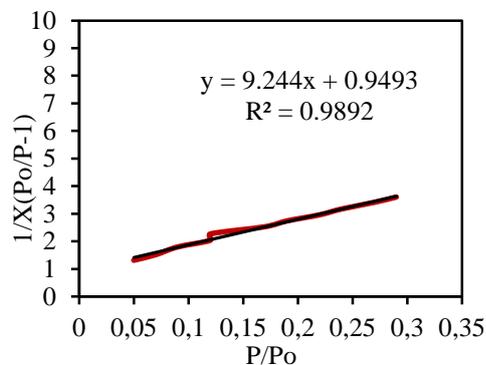
Pada **Gambar 3** nano struktur sampel B yang dihasilkan tidak terlalu jelas pemisahan antar partikel. Terdapat bagian yang terlihat terang menunjukkan bahwa partikel memiliki ketebalan lebih rendah dibandingkan dengan bagian yang terlihat gelap. Ukuran partikel yang dihasilkan sekitar $(11,32 \pm 0,922)$ nm dengan menggunakan perangkat lunak *image J*. Diketahui ada dua mekanisme dalam tampilan TEM yaitu gejala kohesif dan adhesif [10].

Hasil Analisis Luas Permukaan Spesifik

Material dengan partikel penyusun yang memiliki luas permukaan lebih besar akan lebih unggul dibandingkan dengan material limbah. Untuk mengetahui luas permukaan spesifik dari sampel maka dilakukan uji menggunakan *Surface Area Analyzer (SAA)* dengan metode BET. Data hasil berupa absorpsi gas dan tekanan relatif yang di plot ke dalam persamaan BET Sing, (1985). Hasil plot ditunjukkan pada **Gambar 4**. Kemudian data luas permukaan ditunjukkan pada **Tabel 2**.



(a)



(b)

Gambar 4. Grafik plot BET sampel A (2,5M) dan B (3,5M).

Tabel 2. Nilai luas permukaan spesifik nanosilika batu apung.

No	Sampel	Slope	Intercept	Xm	St (m ² /g)
1.	A	24,18	0,181	0,04104921	178,695
2.	B	23,30	0,087	0,04275879	186,137

Dari **Tabel 2** luas permukaan spesifik nanosilika yang dihasilkan cukup optimum jika dibandingkan dengan hasil ekstraksi [5] sekitar 98 m²/g. Dari hasil tersebut konsentrasi NaOH mempengaruhi karakteristik nanosilika yang dihasilkan. Semakin besar NaOH luas permukaan yang dihasilkan semakin besar. Luas permukaan berbanding terbalik dengan ukuran partikel. Maka nanosilika yang dihasilkan semakin kecil [9].

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa nanosilika yang dihasilkan dari hasil ekstraksi batu apung memiliki fasa amorf dengan kemurnian sebesar 75,84%. Berdasarkan uji TEM, nanostruktur silika batu apung memiliki ukuran butiran partikel sebesar (11,32 ± 0,922) nm. Semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan maka luas permukaan yang dihasilkan semakin besar dan ukuran partikel semakin kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung, UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang, Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju-BATAN Serpong, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, dan Laboratorium Instrument Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung.

DAFTAR PUSTAKA

[1] L., Monalisa, "Pengaruh Suhu Variasi Annealing terhadap Struktur dan Ukuran Butir Silika dari Abu Tongkol Jagung Menggunakan X-Ray Diffractometer". (Skripsi). Universitas Negeri Padang. Padang. p.45. 2013.

[2] S., Sudrajat, A., Adjat, S. Supriatna, dan M., Arifin, Pasir Kuarsa: Bahan Galian Industri. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Mineral*. p. 260-279. 1997.

[3] R., Balgis, A., Purwanto, S., Winardi, H., Setyawan, and S., Affandi, "A Facile Method for Production of High-Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash". *Advanced Powder Technology*. **20**. p. 468-472. 2009.

[4] J. A., Katili, dan P., Marks, *Geologi*. Bandung. Pertjetakan Kilamadju. p. 68. 1969.

[5] K. Srivastava, N. Shringi, V. Devra, and A. Rani, "Pure Silica Extraction from Perlite : Its Characterization and Affecting factors," vol. 2, no. 7, pp. 2936–2942, 2013.

[6] M. N. Sepehr, M. Zarrabi, H. Kazemian, A. Amrane, K. Yaghmaian, and H. R. Ghaffari, "Removal of hardness agents, calcium and magnesium, by natural and alkaline modified pumice stones in single and binary systems," *Appl.*

- Surf. Sci.*, vol. 274, pp. 295–305, 2013.
- [7] R. Abraham, S. Sanal, J. Thomas, J. George, and D. P. Koruthu, "Silica nano particles synthesized from boiler spent ash: Value addition to an industrial waste," vol. 6, no. 6, pp. 93–99, 2014.
- [8] J. L., Gole, and M. G., White, "Nanocatalysis: Selective Conversion of Ethanol to Acetaldehyde Using Mono-Atomically Dispersed Copper on Silica Nanospheres". *Journal of Catalysis*. **204**. p. 249-252. 2001.
- [9] S., Horikoshi, and N., Serpone, "*Microwaves in Nanoparticle Synthesis, First Edition*". Germany. Wiley VCH Verlag GMBH. p. 3. 2013.
- [10] J. Ye *et al.*, "Nanoscratch evaluation of adhesion and cohesion in SiC / low-k / Si stacked layers Nanoscratch evaluation of adhesion and cohesion in SiC / low-k / Si stacked layers," vol. 3704, 2014.