

Pengaruh Variasi H_2SO_4 Pada Pembentukan Nanosilika Berbasis Batu Apung

Riska Trisna Nuraini^a, Posman Manurung^b, Suprihatin^c

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung 35144

Email korespondensi: ^ariskatrisnanuraini123@gmail.com, ^breip65@yahoo.com, ^csuprihatin_itb@yahoo.com

Diterima (29 April 2019), Direvisi (8 Agustus 2019)

Abstract. Nanosilica was extracted by using NaOH, H_2SO_4 and HCl. The amount of NaOH and HCl are 3,0 M and 1,0 M respectively. The titration using H_2SO_4 was varied of 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M; 6,0 M. The pumice powder was calcined for 4 hours at 500 °C and the nanosilica powder was calcined for 5,5 hours at 800 °C. The results of X-Ray Fluorescence (XRF) showed nanosilica with the highest purity in variation of H_2SO_4 5,0 M at 95,32%. The results of the X-Ray Diffractometer (XRD) showed that pumice consistent the anorthite and albite phase. The variation of H_2SO_4 5,0 M produced an amorphous phase. The results of Transmission Electron Microscopy (TEM) show nanosilica particle size with variations of H_2SO_4 5,0 M in the range 4,8-11,3 nm with an average $(7,62 \pm 2,15)$ nm.

Keywords: H_2SO_4 , Nanosilica, Pumice

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh variasi H_2SO_4 pada pembentukan nanosilika berbasis batu apung. Nanosilika diekstraksi menggunakan NaOH, H_2SO_4 dan HCl. Jumlah NaOH dan HCl yang digunakan masing-masing adalah 3,0 M dan 1,0 M. Titrasi menggunakan H_2SO_4 dengan variasi 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M dan 6,0 M. Serbuk batu apung dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 500 °C dan serbuk nanosilika dikalsinasi selama 5,5 jam pada suhu 800 °C. Hasil X-Ray Fluorescence (XRF) menunjukkan nanosilika dengan kemurnian tertinggi pada variasi H_2SO_4 5,0 M sebesar 95,32 %. Hasil X-Ray Diffractometer (XRD) menunjukkan serbuk batu apung membentuk fasa anorthite dan fasa albite, serta variasi H_2SO_4 5,0 M menghasilkan fasa amorf. Hasil Transmission Electron Microscopy (TEM) menunjukkan ukuran partikel nanosilika dengan variasi H_2SO_4 5,0 M berada pada kisaran 4,8-11,3 nm dengan rata-rata $(7,62 \pm 2,15)$ nm.

Kata kunci: Batu apung, H_2SO_4 , Nanosilika

PENDAHULUAN

Silika (SiO_2) merupakan salah satu jenis material berpori yang dapat digunakan secara luas dalam proses adsorpsi, katalis, pembuatan membran, pembuatan komposit dengan material anorganik seperti TiO_2 [1] maupun dengan material organik seperti polisakarida, dan elektrokimia [2].

Silika mempunyai sifat kimia yaitu berwarna putih (ketika murni), berat molekul 60,1 dan densitas $2,2 \text{ g/cm}^3$. Silika merupakan material yang tidak mudah terbakar, memiliki stabilitas yang baik pada suhu tinggi, dan material yang tidak

menghantarkan listrik atau bersifat osilator [3].

Aplikasi silika banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari misalnya, untuk pengampelasan material bahan IC, fiber optic, bahan cat, pasta gigi, kosmetik, kertas, makanan suplemen, mekanik, medis, hingga penyerap kadar air di udara agar memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni [4].

Silika dapat diperoleh dari berbagai sumber alam seperti ampas tebu [5], tanaman *Cymbopogon citratus* (*lemon grass*) [6], paku ekor kuda (*equisetum*) [7], sekam padi [8], batuan *perlite* [9], batu apung dari Moroko [10] dan batu apung dari Turki [11]. Batu apung adalah salah satu sumber alam yang memiliki kandungan silika yang cukup banyak [12].

Batu apung atau batu timbul, merupakan jenis batu yang berasal dari gunung berapi yang tidak tenggelam di dalam air. Warnanya bermacam-macam, dari yang kekuning-kuningan hingga jingga, kemerah-merahan, abu-abu kebiru-biruan, abu-abu, dan warna-warna lainnya. Sifat kimia dan fisika batu apung antara lain, yaitu mengandung oksida SiO₂ (60,56 %), Al₂O₃ (17,59 %), Fe₂O₃ (4,08 %), Na₂O, K₂O, MgO (2,57 %), CaO (2,86 %), TiO₂, SO₃, KOH, NaHCO₃ dan Cl [12], pH 5, peresapan air (*water absorption*) 16,67 %, berat jenis 0,8 gr/cm³, hantaran suara (*sound transmission*) rendah, rasio kuat tekan terhadap beban tinggi, konduktivitas panas (*thermal conductivity*) rendah, dan ketahanan terhadap api sampai dengan 6 jam [13]. Berdasarkan tingginya kandungan silika pada batu apung serta banyaknya keberadaan batu apung di Indonesia, merupakan alasan melakukan penelitian ini untuk mengekstraksi silika dari batu apung.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan nanosilika dari batu apung dengan memvariasikan larutan H₂SO₄ sebanyak 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M; dan 6,0 M, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi kimia, XRD untuk mengetahui fasa, dan TEM serta ukuran partikel yang terbentuk.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar batu apung (*pumice*) dari Kabupaten Tanggamus Provinsi Lampung. Untuk mendapatkan silika murni dilakukan tiga

tahapan yaitu ekstraksi silika menggunakan NaOH (3,0 M), titrasi silika menggunakan H₂SO₄ dengan variasi 4,0 M; 4,5 M; 5,0 M; 5,5 M dan 6,0 M, serta pemurnian silika menggunakan HCl (1,0 M). Preparasi dilakukan dengan mencuci batu apung menggunakan air destilasi (*aquabidest*). Lalu, batu apung dikeringkan selama 24 jam pada suhu 100° C. Batu apung kering digerus menggunakan mortar porselen. Selanjutnya, serbuk disaring menggunakan saringan siever 150 µm. Lalu, dicuci dengan *aquabidest* dan dipanaskan selama 5,5 jam pada suhu 500° C. Kemudian serbuk batu apung ditimbang sebanyak 250 gram sebagai sampel yang akan diekstraksi.

Ekstraksi serbuk batu apung diawali dengan mencampurkan 2,5 gram serbuk batu apung dengan 150 ml NaOH (1,0 M) ke dalam gelas ukur. Lalu, dipanaskan menggunakan refluks kondensor pada suhu 100° C serta distir (300 rpm) selama 24 jam. Bubur hasil adukan (*slurry*) disaring menggunakan kertas saring Whattman No. 41 dan dicuci dengan air destilasi yang hangat. Hasil penyaringan yang digunakan untuk tahap selanjutnya adalah bagian yang lolos kebawah pada saat penyaringan (*filtrat*).

Titration dilakukan menggunakan H₂SO₄ yang sebelumnya telah dicampur dengan 150 ml *aquabidest*. Filtrat dititrasi serta distir kuat hingga pH yang dihasilkan mencapai 7. Kemudian hasil titrasi didiamkan selama 24 jam dalam suhu ruang. Lalu, filtrat yang telah mengendap disaring dan dicuci menggunakan air destilasi hangat (*aquabidest*). Setelah itu hasil saringan (*slurry*) dioven selama 24 jam pada suhu 80° C. Lalu, digerus menggunakan mortar selama 30 menit.

Selanjutnya dilakukan pemurnian, yaitu mencampur HCl (1,0 M) dengan 150 ml *aquabidest*. Setelah itu larutan HCl dicampur dengan serbuk nanosilika dan direfluks selama 4 jam dengan suhu 100° C. Kemudian hasil serbuk nanosilika yang telah direfluks disaring dan dicuci kembali

menggunakan air destilasi hangat. Lalu, dioven selama 24 jam pada suhu 110 °C. Berikutnya, serbuk nanosilika kering digerus dan dikalsinasi selama 5,5 jam pada suhu 800 °C. Tahap terakhir yaitu menggerus serbuk nanosilika menggunakan mortar agate sehingga dihasilkan serbuk nanosilika yang halus dan berwarna putih bersih. Kemudian serbuk ditimbang lalu dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD dan TEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Sintesis Silika (SiO₂) Batu Apung

Massa serbuk nanosilika batu apung sebelum dan sesudah ekstraksi ditunjukkan pada **Tabel 1**. Terlihat bahwa massa nanosilika paling besar pada H₂SO₄ 4,5 M yaitu 2,512 gram. Massa terbesar memungkinkan masih banyaknya pengotor yang terkandung dan belum larut pada saat proses pencucian sedangkan massa yang paling kecil adalah pada H₂SO₄ 5,0 M yaitu 1,501 gram.

Menurut penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi serbuk SiO₂ berbahan dasar pasir Bancar Tuban [14], massa silika yang berkurang biasanya diakibatkan beberapa pengotor selain Si yang larut ke dalam larutan pada saat proses pencucian.

Tabel 1. Massa serbuk nanosilika

| Nama | Sebelum ekstraksi (gram) | H ₂ SO ₄ (M) | Sesudah ekstraksi (gram) |
|--------------------------------------|--------------------------|------------------------------------|--------------------------|
| H ₂ SO ₄ 4,0 M | 2,5 | 4,0 | 2,060 |
| H ₂ SO ₄ 4,5 M | 2,5 | 4,5 | 2,512 |
| H ₂ SO ₄ 5,0 M | 2,5 | 5,0 | 1,501 |
| H ₂ SO ₄ 5,5 M | 2,5 | 5,5 | 1,931 |
| H ₂ SO ₄ 6,0 M | 2,5 | 6,0 | 1,733 |

Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Terlihat bahwa komponen penyusun batu apung dengan persentase di atas 1 % yaitu SiO₂, Al₂O₃, K₂O, CaO, MgO, Fe₂O₃, P₂O₅, TiO dan Ag₂O. Sementara komponen penyusun lain dengan persentase di bawah 1 % di antaranya adalah ZnO, Ga₂O₃, As₂O₃, Rb₂O, SrO, Y₂O₃, ZrO₂, BaO, Eu₂O₃, PbO dan Cl. Komponen kimia yang paling dominan pada batu apung ini adalah SiO₂ dengan persentase sebesar 77,799 %.

Setelah mengalami ekstraksi kandungan silika pada batu apung mengalami kenaikan yang cukup tinggi rata-rata mencapai 18 %. Seperti ditunjukkan pada **Tabel 2** nilai silika tertinggi dihasilkan pada H₂SO₄ 5,0 M dengan persentase sebesar 95,32 %, sementara silika terendah dihasilkan pada H₂SO₄ 5,5 M yaitu 90,62 %. Walaupun kemurnian silika yang dihasilkan rata-rata mencapai 90 %, tetapi terdapat beberapa pengotor yang muncul pada saat ekstraksi berlangsung.

Diantara pengotor tersebut yang paling dominan adalah kandungan Al₂O₃ dan SO₃. Pada batu apung sendiri mengandung Al₂O₃ sebesar 12,72 %, kemudian setelah ekstraksi kandungan Al₂O₃ mengalami penurunan mencapai 2,12 % pada H₂SO₄ 5,0 M. Berbeda dengan kandungan SiO₂ dan Al₂O₃ yang terkandung dalam komponen penyusun batu apung. SO₃ tidak termasuk kedalam komponen penyusun batu apung. Munculnya pengotor ini diduga akibat pencucian yang kurang maksimal pada saat proses penyaringan.

Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

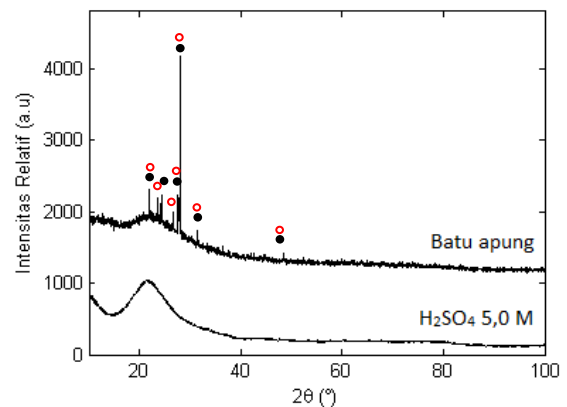
Karakterisasi XRD ini dilakukan pada sampel batu apung yang telah dikalsinasi pada suhu 500 °C dan pada sampel hasil ekstraksi dengan konsentrasi H₂SO₄ 5,0 M yang telah dikalsinasi pula pada suhu 800 °C.

Tabel 2. Komponen penyusun pada batu apung dan pada berbagai variasi H₂SO₄

| Komponen | Batu Apung (%) | H ₂ SO ₄ 4,0M (%) | H ₂ SO ₄ 4,5M (%) | H ₂ SO ₄ 5,0M (%) | H ₂ SO ₄ 5,5M (%) | H ₂ SO ₄ 6,0M (%) |
|--------------------------------|----------------|---|---|---|---|---|
| SiO ₂ | 77,80 | 94,40 | 92,76 | 95,32 | 90,62 | 94,67 |
| Al ₂ O ₃ | 12,72 | 1,31 | 1,09 | 0,97 | 1,24 | 1,10 |
| SO ₃ | - | 3,65 | 4,53 | 2,12 | 6,29 | 3,30 |
| K ₂ O | 3,701 | 0,039 | 0,045 | 0,044 | 0,05 | 0,037 |
| CaO | 1,677 | 0,05 | 0,126 | 0,134 | 0,126 | 0,051 |
| MgO | 1,518 | 0,202 | 0,608 | 0,382 | 0,996 | 0,661 |
| P ₂ O ₅ | 0,367 | 0,263 | 0,705 | 0,908 | 0,494 | 0,135 |
| Fe ₂ O ₃ | 1,422 | 0,015 | 0,033 | 0,032 | 0,023 | 0,015 |
| TiO ₂ | 0,281 | 0,019 | 0,022 | 0,028 | 0,037 | 0,012 |
| Ag ₂ O | 0,210 | 0,038 | 0,078 | 0,077 | 0,107 | - |
| Cl | 0,079 | 0,004 | - | - | - | 0,006 |
| MnO | 0,076 | - | - | - | - | - |
| BaO | 0,062 | 0,009 | 0,001 | - | - | 0,005 |
| ZrO ₂ | 0,021 | 0,004 | 0,006 | 0,002 | 0,008 | 0,003 |
| Eu ₂ O ₃ | 0,017 | - | - | - | - | - |
| Rb ₂ O | 0,015 | - | - | - | - | - |
| SrO | 0,014 | - | - | - | - | - |
| ZnO | 0,006 | 0,002 | - | 0,003 | 0,001 | 0,001 |
| Y ₂ O ₃ | 0,003 | - | - | - | - | - |
| As ₂ O ₃ | 0,002 | - | - | - | - | - |
| Ga ₂ O ₃ | 0,002 | - | - | - | - | - |
| PbO | 0,002 | - | - | - | - | - |

Pada **Gambar 1** terlihat bahwa kedua grafik memiliki bentuk difraktogram yang didominasi fasa amorf, dengan ditandai bentuk difraktogram yang melengkung seperti punuk atau bukit. Tetapi pada batu apung terbentuk delapan puncak kristalin yang terdiri dari fasa anorthite (CaNa)(SiAl)₄O₈ dan albite NaAlSi₃O₈. Sementara pada H₂SO₄ 5,0 M tidak terdapat puncak-puncak kristalin yang terbentuk dan fasa yang dihasilkan adalah fasa amorf.

Hal ini disebabkan karena kandungan silika yang lebih dominan dari senyawa lainnya sesuai dengan karakterisasi XRF.



Gambar 1. Hasil karakterisasi XRD batu apung dan nanosilika H₂SO₄ 5,0 M. Legenda: ○ = anorthite (CaNa)(SiAl)₄O₈, ● = albite NaAlSi₃O₈.

Tabel 3. Perbandingan data sampel batu apung dengan data standar PCPDFWIN

| Data Hasil Penelitian | | PDF 18-1202 | | PDF 19-1184 | |
|-----------------------|-------|---|--------|--|--------|
| | | Anorthite (CaNa)(SiAl) ₄ O ₈ | | Albite NaAlSi ₃ O ₈ | |
| 2θ (°) | d (Å) | d (Å) | Δd (Å) | d (Å) | Δd (Å) |
| 21,95 | 4,04 | 4,042 | 0,002 | 4,03 | 0,01 |
| 23,61 | 3,76 | 3,759 | 0,001 | 3,77 | 0,01 |
| 24,29 | 3,66 | - | - | 3,66 | 0 |
| 26,57 | 3,35 | 3,365 | 0,015 | - | - |
| 27,57 | 3,23 | 3,241 | 0,011 | 3,22 | 0,01 |
| 27,72 | 3,21 | 3,210 | 0 | 3,20 | 0,01 |
| 31,41 | 2,84 | 2,834 | 0,006 | 2,84 | 0 |
| 48,36 | 1,88 | 1,882 | 0,002 | 1,88 | 0 |

Dari hasil analisis kemudian dicocokkan dengan data standar PCPDFWIN. Pada **Tabel 3**. Terlihat tiga puncak tertinggi yang terletak pada 2θ yang secara berurutan yaitu 21,95°; 27,72° dan 27,57°. Sementara fasa yang dihasilkan menunjukkan batu apung memiliki lebih dari satu fasa (multifasa).

Fasa pertama yang dihasilkan adalah fasa anorthite dengan rumus kimia (CaNa)(SiAl)₄O₈ atau natrium kalsium aluminium silikat. Puncak difraksi yang cocok untuk fasa pada nomor PDF 18-1202 (Stewart *et al.*, 1966) ini ialah puncak yang 2θ-nya terletak pada 21,95°; 23,61°; 26,57°; 26,57°; 27,57°; 27,72°; 31,41° dan 48,36°.

Selanjutnya, fasa kedua yang dihasilkan adalah fasa albite dengan rumus kimia NaAlSi₃O₈ atau natrium aluminium silikat dengan nomor PDF 19-1184 [15]. Puncak difraksi yang cocok pada nomor ini adalah 21,95°; 23,61°; 24,29°; 27,57°; 27,72°; 31,41° dan 48,36°.

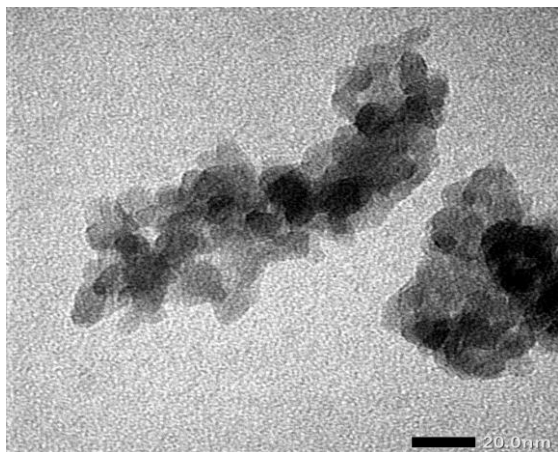
Analisis Transmission Electron Microscopy (TEM)

Pengujian ukuran partikel dilakukan pada H₂SO₄ 5,0 M menggunakan TEM. Hasil karakterisasi TEM menunjukkan foto berupa distribusi bentuk butiran partikel.

Foto distribusi partikel pada H₂SO₄ 5,0 M ditunjukkan pada **Gambar 2**.

Distribusi yang relatif di dominasi oleh silika amorf dengan bentuk bulat, terdapat beberapa bagian yang lebih gelap dan sebagian lebih terang. Hal ini menandakan tebal tipisnya lapisan sampel uji, pada bagian gelap merupakan bagian sampel dengan lapisan yang masih tebal dan bagian terang memiliki lapisan yang lebih tipis.

Untuk mengetahui ukuran partikel yang dihasilkan yaitu menggunakan *software* ImageJ. Pengukuran dilakukan sebanyak 20 kali. Dari pengukuran yang dilakukan diperoleh ukuran partikel terendah yaitu sebesar 4,8 nm dan ukuran partikel paling besar yaitu 11,3 nm. Sehingga, secara keseluruhan ukuran partikel yang dihasilkan adalah sekitar 7,62 ± 2,15 nm. Ukuran partikel nanosilika pada penelitian ini relatif sama dengan penelitian sebelumnya [10] yang mencapai ukuran partikel dengan kisaran angka 5-15 nm.



Gambar 2. Hasil TEM sampel H₂SO₄ 5 M

KESIMPULAN

Penelitian ini terbukti mampu meningkatkan persentase kandungan nanosilika yang diperoleh rata-rata hingga 18 % yang didukung dengan hasil karakterisasi XRF. Pada karakterisasi XRF kandungan silika serbuk batu apung hanya sebesar 77,80 %, sedangkan nanosilika yang telah mengalami ekstraksi persentase tertingginya mampu mencapai 95,32 % yaitu pada H₂SO₄ 5,0 M. Hasil karakterisasi XRD batu apung memiliki lebih dari satu fasa (multifasa) yaitu fasa anorthite (CaNa)(SiAl)₄O₈ dan albite NaAlSi₃O₈. Sementara pada H₂SO₄ 5,0 M tidak terdapat puncak-puncak kristalin yang terbentuk dan fasa yang terbentuk hanya fasa amorf. Sementara untuk hasil karakterisasi TEM ukuran nanosilika yang dihasilkan pada H₂SO₄ 5,0 M memiliki ukuran partikel rata-rata $7,62 \pm 2,15$ nm.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Y. Hendrix, A. Lazaro, Q. Yu, and J. Brouwers, "Titania-Silica Composites: A Review on the Photocatalytic Activity and Synthesis Methods," *World J. Nano Sci. Eng.*, vol. 05, no. 04, pp. 161–177, 2015.
- [2] A. D. Synthesis, "Synthesis and characterization of polysaccharide-silica composite aerogels for thermal superinsulation . Arnaud Demilecamps l ' École nationale supérieure des mines de Paris Spécialité ' Science et génie des matériaux ," 2016.
- [3] P. Coniwanti, R. Srikndhy, and Apriliyanni, "Pengaruh proses pengeringan, normalitas HCl, dan temperatur pembakaran pada pembuatan silika Dari Sekam Padi," *J. Penelit.*, vol. 15, no. x, pp. 5–11, 2010.
- [4] M. Im, "Pembuatan dan Karakterisasi Komposit Membran Peek Silika/Clay untuk Aplikasi Direct Methanol Fuel Cell (DMFC)." Universitas Diponegoro, Semarang, pp. 27–30, 2011.
- [5] A. R. Hanafi, A. S., dan Nandang, "Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik," vol. 5, no. 1, pp. 35–38, 2010.
- [6] M. Y. N. Firdaus, H. Osman, H. S. C. Metselaar, and A. R. Rozyanty, "Silica from Lemon Grass," vol. 11, no. 1, pp. 1270–1279, 2016.
- [7] N. Nurmala, "Pengaruh variasi NaOH dalam preparasi nanosilika berbasis equisetum arvense." Universitas Lampung, Bandar Lampung, 2019.
- [8] P. A. Handayani, E. Nurjanah, and W. D. P. Rengga, "Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Menjadi Silika Gel," *J. Bahan Alam Terbarukan*, vol. 3, no. 2, pp. 55–59, 2015.
- [9] K. Srivastava, N. Shringi, V. Devra, and A. Rani, "Pure Silica Extraction from Perlite : Its Characterization and Affecting factors," *Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol.*, vol. 2, no. 7, pp. 2936–2942, 2013.

- [10] A. Mourhly, M. Khachani, A. El Hamidi, M. Kacimi, M. Halim, and S. Arsalane, "The Synthesis and Characterization of Low-Cost Mesoporous Silica SiO₂ from Local Pumice Rock," *Nanomater. Nanotechnol.*, vol. 5, pp. 35, 2015.
- [11] B. Ersoy, A. Sariisik, S. Dikmen, and G. Sariisik, "Characterization of acidic pumice and determination of its electrokinetic properties in water," *Powder Technol.*, vol. 197, no. 1–2, pp. 129–135, 2010.
- [12] G. Komandoko, "Ensiklopedian Pelajar dan Umum," Yogyakarta: Pustaka Widayatama, 2010.
- [13] S. Miskah, J. Teknik, K. Fakultas, and T. Universitas, "Pemanfaatan Batu Apung (Pumice)," vol. 17, no. 2, 2010.
- [14] T. Ramadhan, N.I., Munasir, "Sintesis dan Karakterisasi Serbuk SiO₂ dengan," *J. Sains dan Seni POMITS*, vol. 3, no. 1, pp. B-15-B-17, 2014.
- [15] T. P. Dienst-Delft, "ICDD Grant-in Aid." The Netherland, 1967.

