

# Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Optimum pada Pembuatan Nanosilika dari Batu Apung

Zahra Maria Ulfa<sup>(1,a)\*</sup>, Posman Manurung<sup>(1,b)</sup>, Pulung Karo Karo<sup>(1,c)</sup>

<sup>(1)</sup>Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brodjonegoro 1, Bandar Lampung 35144

email:<sup>(a)</sup>[zahramariaulfa@gmail.com](mailto:zahramariaulfa@gmail.com), <sup>(b)</sup>[reip65@yahoo.com](mailto:reip65@yahoo.com), <sup>(c)</sup>[pulungkaro@gmail.com](mailto:pulungkaro@gmail.com)

Diterima (31 Juli 2019), Direvisi (31 Januari 2020)

**Abstract.** *Technological advances in the nanomaterials have made silica processing industries have begun to produce silica nanoparticles so that the search for new sources capable of producing silica has been in great demand. One mineral resource that has the potential to be developed is silica (SiO<sub>2</sub>). Pumice is an amorphous porous volcanic rock consisting of silica. In this study nanosilica from pumice was made by extracting it using NaOH solution at various concentrations of 2.5 M, 2.7 M, 2.9 M, 3.1 M and 3.3 M to observe the effect on the amount and chemical composition of the powder nanosilica produced, nanosilic phase formed and nanosilic size. This silica extraction is made by the sol-gel method using reflux. The formation of silica gel was carried out using 5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and silica powder purification using 1.25 M HCl then calcined at 800°C for 6 hours and characterized by XRF, XRD, and TEM. The results obtained in this study indicate the effect of NaOH concentration on the amount of powder produced, which increases with the increase in NaOH concentration used. The composition of SiO<sub>2</sub> from all samples showed optimum results in samples with 2.7 M NaOH concentration which was 97.1% which also had an amorphous phase with average particle size was (11.9 ± 2, 6) nm.*

**Keywords:** *Pumice, Nanosilica, NaOH*

**Abstrak.** Kemajuan teknologi di bidang nanomaterial membuat beberapa industri pengolahan silika sudah mulai memproduksi nanopartikel silika sehingga pencarian sumber-sumber baru yang mampu memproduksi silika telah banyak diminati. Salah satu sumber daya mineral yang berpotensi untuk dikembangkan adalah silika (SiO<sub>2</sub>). Batu apung adalah batu vulkanik berpori amorf yang terdiri dari silika. Pada penelitian ini dibuat nanosilika dari batu apung dengan diekstraksi menggunakan larutan NaOH pada variasi konsentrasi 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M, 3,1 M dan 3,3 M untuk mengamati pengaruhnya pada jumlah dan komposisi kimia serbuk nanosilika yang dihasilkan, fasa nanosilika yang terbentuk dan ukuran nanosilika. Ekstraksi silika ini dibuat dengan metode sol-gel menggunakan refluks. Pembentukan gel silika dilakukan menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M dan proses pemurnian serbuk silika menggunakan HCl 1,25 M kemudian dikalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam dan dikarakterisasi dengan XRF, XRD, dan TEM. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini menunjukkan pengaruh konsentrasi NaOH pada jumlah serbuk yang dihasilkan yaitu meningkat seiring peningkatan konsentrasi NaOH yang digunakan. Komposisi SiO<sub>2</sub> dari semua sampel menunjukkan hasil optimum pada sampel dengan konsentrasi NaOH 2,7 M yaitu 97,1% yang juga memiliki fasa amorf dengan rata-rata ukuran partikel adalah (11,9±2,6) nm.

**Kata kunci:** Batu apung, Nanosilika, NaOH

---

## PENDAHULUAN

Nanoteknologi adalah rekayasa ulang bahan dan perangkat dengan dikendalikan pada tingkat atom[1]. Nanoteknologi

melibatkan studi di skala mikroskopik (1nm=1x10<sup>-9</sup> m). Ukuran untuk teknologi berskala nano berada pada kisaran 10-100 nm[2]. Dengan kemajuan nanoteknologi dan peningkatan permintaan, beberapa

industri pengolahan silika sudah mulai memproduksi nanopartikel silika[3].

Batu apung adalah batu vulkanik berpori amorf yang terdiri dari silika ( $\text{SiO}_2$ )[4]. Sebagai batuan yang terbentuk secara alami, batu apung tersusun dari senyawa-senyawa kimia berupa mineral oksida seperti  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ , serta  $\text{MgO}$  yang menyatu membentuk komposit alam dengan kandungan terbanyak yaitu  $\text{SiO}_2$  sebesar 70,21%[5], [6]. Di wilayah Lampung, batu apung dapat ditemukan di sepanjang daerah pesisir pantai.

Silika atau silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Sedangkan nanosilika merupakan bahan amorf yang terhubung dalam ikatan Si-O-Si yang tidak beraturan dengan kelompok silanol ( $\text{Si-OH}$ ) yang ada di dalam dan di permukaan[7]. Ekstraksi silika memerlukan perlakuan khusus untuk sampai pada skala nano, yaitu dengan menggunakan beberapa metode seperti metode sol-gel, proses masa gas, proses kopresipitasi, teknik emulsi, serta penyemprotan plasma dan pengasapan[8].

Silika merupakan senyawa yang tidak reaktif dan hanya dapat dilarutkan dalam asam kuat[9]. Ekstraksi silika dengan larutan NaOH akan menghasilkan natrium silikat. Silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini menghasilkan suatu disperse pekat yang memisahkan partikel dari silika terhidrat. Semakin meningkat konsentrasi pelarut NaOH yang digunakan dalam proses ekstraksi maka semakin meningkat pula endapan silika sehingga menghasilkan silika lebih banyak[10].

Pada penelitian ini dibuat nanosilika dari batu apung dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi NaOH pada jumlah dan komposisi kimia nanosilika, fasa nanosilika yang terbentuk serta ukuran nanosilika dengan analisis XRF, XRD, dan TEM.

## METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini menggunakan bahan batu apung, NaOH 99% Merck,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96% Merck, HCl 37% Merck, air destilasi, dan beberapa alat-alat seperti pH meter, kertas saring *whatman* no. 41, tabung refluks, kondensor, alat pemanas dan pengaduk, termometer, mortar dan pastel biasa serta agate, dan alat-alat gelas lainnya.

### 1. Preparasi serbuk batu apung

Proses preparasi serbuk batu apung menggunakan bahan utama yaitu batu apung dari kabupaten Tanggamus Lampung. Batu apung dicuci dengan air destilasi kemudian dikeringkan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Batu apung yang sudah kering kemudian di gerus dan di saring menggunakan ayakan berukuran  $150\ \mu\text{m}$  untuk mendapatkan serbuk batu apung yang halus dan dicuci kembali dan dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 4 jam yang bertujuan untuk mengaktifkan silika dalam batu apung agar lebih mudah terekstraksi.

### 2. Ekstraksi dan pemurnian serbuk silika

Ekstraksi silika dilakukan dengan mencampur bahan serbuk halus batu apung sebanyak 2,5 gram untuk masing-masing sampel dengan larutan 150 ml NaOH pada variasi konsentrasi 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M, 3,1 M dan 3,3 M dan di refluks selama 24 jam dengan temperatur  $100^\circ\text{C}$ . Hasil dari refluks kemudian disaring untuk diambil filtratnya dan dititrasi dengan 150 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 M hingga pH 7 dan didiamkan semalaman untuk membentuk gel silika. Gel silika yang sudah terbentuk di cuci dengan air destilasi panas sebanyak empat kali untuk menghalangkan pengotor yang masih terdapat dalam gel lalu dikeringkan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  sehingga terbentuk silika kering kemudian digerus agar menjadi serbuk. Serbuk silika direfluks kembali

selama 4 jam pada temperatur 100°C dengan 150 ml HCl 1,25 M yang bertujuan untuk pemurnian serbuk silika. Hasil refluks kemudian disaring untuk diambil filtratnya berupa serbuk silika yang basah kemudian dikeringkan pada temperatur 100°C selama 24 jam dan digerus kembali. Serbuk silika putih yang telah halus selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 800°C selama 6 jam dan dilakukan karakterisasi.

3. *Karakterisasi sampel*

Karakterisasi memberikan informasi tentang sifat-sifat fisis maupun kimiawi nanomaterial. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi pada sampel serbuk batu apung sebelum dan sesudah ekstraksi. Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah XRF, XRD dan TEM. XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung dalam sampel, XRD adalah uji yang dilakukan untuk mengetahui struktur nanosilika yang terbentuk dari hasil ekstraksi batu apung, dan TEM digunakan untuk mengidentifikasi ukuran nanosilika.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

1. *Hasil ekstraksi serbuk batu apung.*

Penimbangan dilakukan pada serbuk batu apung sebelum diekstrak dan setelah diekstrak untuk mengetahui perbedaan massa serbuk yang dihasilkan. Massa serbuk yang diperoleh ditunjukkan pada **Tabel 1**.

Pada **Tabel 1** menunjukkan semakin meningkat konsentrasi NaOH yang digunakan pada ekstraksi, maka akan menghasilkan massa serbuk nanosilika yang semakin banyak pula. Hal ini dikarenakan peningkatan konsentrasi NaOH menyebabkan nanosilika yang meluruh akan semakin banyak [11], [12]

**Tabel 1.** Massa serbuk nanosilika batu apung

No	NaOH (M)	Serbuk batu apung (gram)	Serbuk nanosilika (gram)
1.	2,5	2,5	0,448
2.	2,7	2,5	1,047
3.	2,9	2,5	1,066
4.	3,1	2,5	1,176
5.	3,3	2,5	1,578

2. *Hasil karakterisasi serbuk nanosilika*

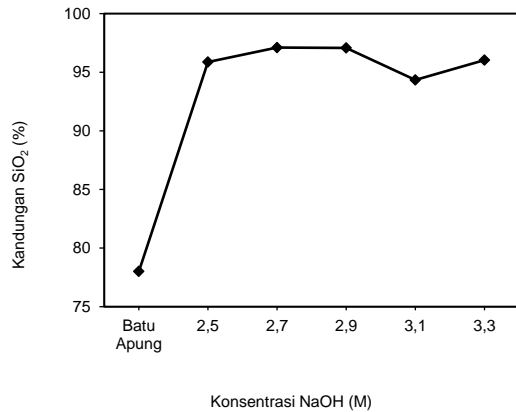
a. *Hasil XRF*

Karakterisasi XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung pada batu apung dan serbuk nanosilika dari batu apung. Hasil karakterisasi XRF pada sampel serbuk batu apung dan serbuk yang dihasilkan dengan variasi konsentrasi NaOH.

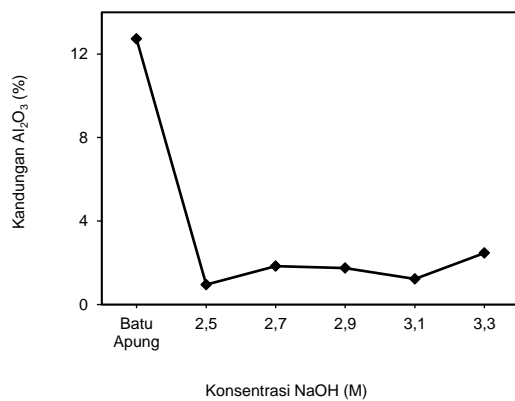
Kandungan SiO<sub>2</sub> tertinggi berdasarkan hasil analisis XRF terjadi pada variasi NaOH 2,7 M sebesar 97,1% dari awal mula pada batu apung sebesar 77,8% dan terendah pada variasi NaOH 3,1 M. Kandungan SiO<sub>2</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari hasil XRF ditampilkan dengan grafik pada **Gambar 1** dan **Gambar 2**.

Penurunan kemurnian nanosilika hasil ekstrak ini terjadi karena NaOH tidak hanya bereaksi dengan silika saja, tetapi juga bereaksi dengan senyawa lain seperti Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dapat ikut terekstrak [13]. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> merupakan pengotor yang cukup dominan terkandung pada nanosilika batu apung karena merupakan kandungan terbesar yang terdapat dalam batu apung setelah SiO<sub>2</sub>.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada batu apung mencapai 12,7%. Setelah dilakukan ekstraksi, kandungan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel menurun secara signifikan hingga dibawah 2,5%. Dari grafik **Gambar 1** dan **Gambar 2** dapat dilihat bahwa proses ekstraksi dengan NaOH mampu menghasilkan silika secara maksimal.



**Gambar 1.** Grafik pengaruh konsentrasi NaOH terhadap kandungan SiO<sub>2</sub>.

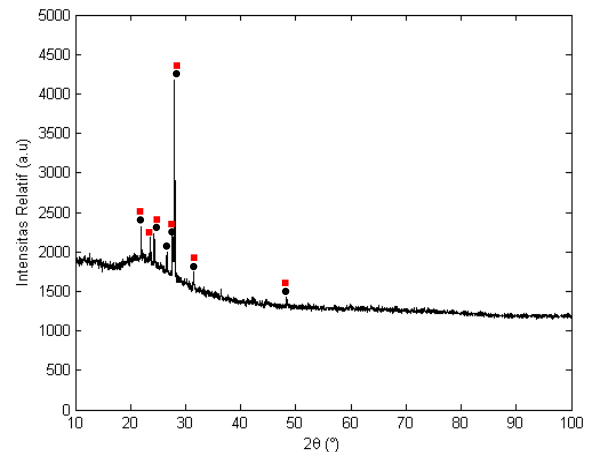


**Gambar 2.** Grafik pengaruh konsentrasi NaOH terhadap kandungan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### b. Hasil XRD

XRD digunakan untuk mengetahui fasa amorf dan kristal yang belum diketahui dari sebuah sampel. Pada **Gambar 3** menunjukkan hasil karakterisasi XRD sampel batu apung yang telah dikalsinasi pada temperatur 500 °C terdapat beberapa puncak yang intensitasnya tinggi dimana puncak tersebut menunjukkan adanya fasa kristalin di 2θ tertentu.

Untuk mengetahui fasa dan struktur kristal yang terbentuk maka dilakukan analisis kualitatif terhadap data XRD sampel batu apung dengan metode pencocokan data yang diperoleh melalui pangkalan data. Analisis dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak atau software PCPDFWIN versi 1.3 JCPDS-ICDD 1997.

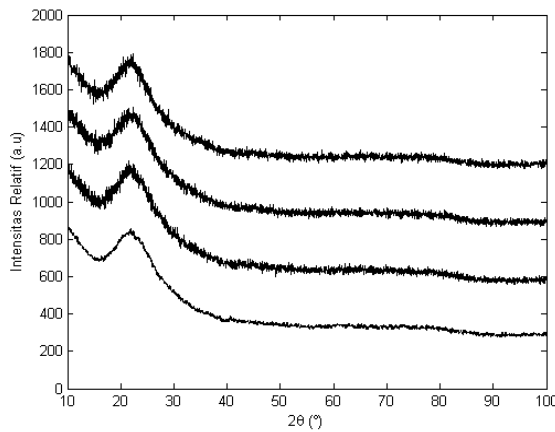


**Gambar 3.** Difraktogram hasil karakterisasi XRD sampel serbuk batu apung.

Setelah dilakukan analisis pencocokan menggunakan PCPDFWIN teridentifikasi ada dua fasa selain fasa amorf. Dua fasa tersebut yaitu fasa anorthite dan fasa albite. Fasa anorthite dengan rumus kimia (CaNa)(SiAl)<sub>4</sub>O<sub>8</sub> ditunjukkan dengan tujuh puncak yang cocok pada nomor PDF 18-1202 dengan nilai intensitas tinggi yang terletak pada 2θ berturut-turut 21,95°; 23,61°; 26,58°; 27,57°; 27,98°, 31,42°, dan 48,36°. Selain itu terdapat fasa albite dengan rumus kimia NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub> yang ditunjukkan dengan tujuh puncak yang cocok pada nomor PDF 19-1184 dengan nilai intensitas tinggi yang terletak pada 2θ berturut-turut 21,95°; 23,61°; 24,29°; 27,57°; 27,98°, 31,42°, dan 48,36° [14].

Pada penelitian ini dilakukan analisis XRD nanosilika hasil ekstraksi dan setelah kalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam. Setelah serbuk batu apung diekstraksi (NaOH 2,5 M, 2,7 M, 2,9 M dan 3,1 M) maka difraktogram hasil XRD ditampilkan pada **Gambar 4**.

Secara umum sampel menunjukkan bahwa silika batu apung merupakan silika amorf yang ditandai dengan adanya *hump* (punuk) dengan puncak tertinggi 2θ disudut 20° - 40°[15], [16]. Pada keempat terdapat punuk dengan puncak tertinggi yang sama yaitu pada 22°.

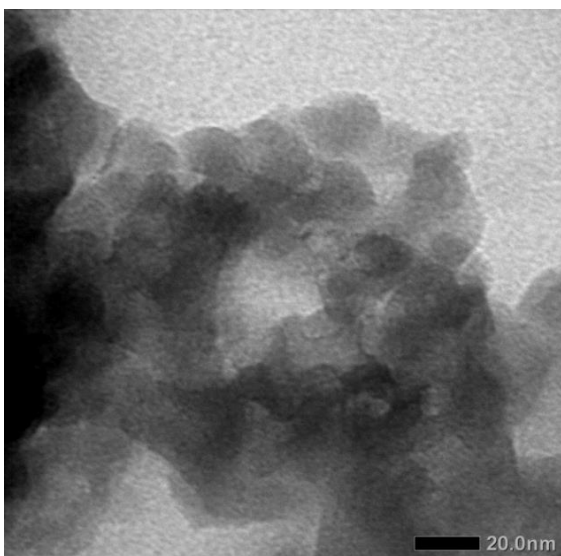


**Gambar 4.** Difraktogram hasil karakterisasi XRD sampel serbuk batu apung.

*c. Hasil TEM*

Pada sampel nanosilika batu apung dengan NaOH 2,7 M yang dikalsinasi pada suhu 800°C selama 6 jam telah dilakukan karakterisasi menggunakan TEM yang bertujuan untuk mengetahui ukuran kuantitatif dari partikel nanosilika batu apung yang telah diekstraksi. Identifikasi ukuran partikel pada analisis TEM dilakukan menggunakan perangkat lunak Image-J 1.52a[16].

Pada **Gambar 7** menampilkan nanostruktur dari silika batu apung dengan konsentrasi NaOH 2,7 M.



**Gambar 7.** Hasil uji TEM nanosilika batu apung NaOH 2,7 M.

Dimana terlihat adanya beberapa bagian nanostruktur yang tampak lebih gelap dari bagian lainnya. Partikel nanosilika dapat dikatakan memiliki ketebalan rendah yang ditandai dengan sedikitnya bagian yang berwarna lebih gelap dibandingkan bagian nanostruktur lainnya.

Ukuran partikel yang diidentifikasi dengan menggunakan perangkat lunak image-J menunjukkan bahwa ukuran partikel terkecil dari nanosilika NaOH 2,7 M adalah 6,9 nm dan ukuran partikel terbesar adalah 16,9 nm, sedangkan secara keseluruhan, rata-rata ukuran partikelnya adalah  $(11,9 \pm 2,6)$  nm.

**KESIMPULAN**

Serbuk silika yang dihasilkan dari hasil ekstraksi batu apung menunjukkan pengaruh NaOH terhadap jumlah silika yang dihasilkan adalah massa serbuk yang dihasilkan meningkat seiring semakin besarnya konsentrasi NaOH yang digunakan. Konsentrasi NaOH optimum terjadi pada NaOH 2,7 M dengan komposisi SiO<sub>2</sub> 97,1 %. Pada konsentrasi NaOH 2,7 M juga menunjukkan bahwa sampel serbuk silika memiliki fasa amorf dengan puncak tertinggi pada 2θ 22° dan memiliki ukuran partikel terkecil sebesar 6,9 nm dan ukuran partikel terbesar adalah 16,9 nm, secara keseluruhan sampel memiliki ukuran partikel  $(11,9 \pm 2,6)$  nm yang mengindikasikan bahwa sampel serbuk silika sudah pada skala nanometer.

**DAFTAR PUSTAKA**

[1] M.C. Roco, “Nanotechnology Research Directions : IWGN Workshop Report Vision for Nanotechnology R & D in the Next Decade,” no. September, 1999.  
 [2] K. E. Drexler, “Molecular engineering: An approach to the development of general capabilities

- for molecular manipulation,” *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 78, no. 9, pp. 5275–5278, 1981.
- [3] M. E. Carneiro, W. L. E. Magalhães, G. I. B. De Muñiz, S. Nisgoski, and K. G. Satyanarayana, “Preparation and Characterization of Nano Silica from *Equisetum arvenses*,” vol. 5, no. 2, 2015.
- [4] P. Lura, D. P. Bentz, and D. A. Lange, “Pumice Aggregates for Internal Water Curing by Technical University of Denmark, DENMARK Konstantin Kovler and Arnon Bentur Reprinted from Concrete Science and Engineering: A Tribute to Arnon Bentur .,” no. January, 2004.
- [5] M. Ridha, “Analisis Densitas, Porositas, dan Struktur Mikro Batu Apung Lombok dengan Variasi Lokasi menggunakan Metode Archimedes dan Software Image-J,” pp. 124–130, 2016.
- [6] 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.
- [7] E. Miloskovska, *Structure-property relationships of rubber / silica nanocomposites via sol-gel reaction*, no. 2013. 2013.
- [8] D. N. Jayanti, “Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nanosilika Dari Pasir Besi Merapi Dengan Ekstraksi Magnet Permanen,” 2014.
- [9] T. Hadi, S., Munasir., “MENGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI Program Studi Magister Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya Indonesia 1 Program Studi Doktorat Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya Indonesia 2,” pp. 1–5.
- [10] R. R. Ginanjar, A. H. Mulyadi, F. Biologi, and U. J. Soedirman, “Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Pelarut NaOH,” *Pros. Semin. Nas. Has. - Has. Penelit. dan Pengabd. LPPM UMP*, no. ISBN 978-602-14930-3-8, pp. 306–312, 2014.
- [11] A. Srivastava, K., Shringi, N., Devra, V., 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.
- [12] A. Retnosari, “Ekstraksi Dan Penentuan Kadar Silika (SiO<sub>2</sub>) Hasil Ekstraksi Dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara,” *Tugas Akhir, Fak. Mat. dan Ilmu Pengetah. Alam Univ. Jember*, pp. 1–56, 2013.
- [13] M. Paul, A., and Zaman, “The Reatives Influences of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on The Chemical Durability of Silicate Glasses at Different pH Values,” *J. Mater. Sci.*, vol. 13, pp. 1499–1502, 1978.
- [14] J. J. Steward, D.B., Walker, G., Wright, T.L., and Fahey, “Physical Properti of Calcic Labradorite from Lake Country,” *Am. Mineral.*, vol. 31, 1966.
- [15] A. Mourhly, M. Khachani, A. El Hamidi, M. Kacimi, M. Halim, and S. Arsalane, “The Synthesis and Characterization of Low-Cost Mesoporous Silica SiO<sub>2</sub> from Local Pumice Rock,” *Nanomater. Nanotechnol.*, vol. 5, p. 35, 2015.
- [16] E. S. Ginting and P. Manurung, “NANOSILIKA BERBASIS BATU APUNG,” vol. 06, no. 02, pp. 209–218, 2018.