

SINTESIS NANOPARTIKEL SILIKA DARI PASIR PANTAI PURUS PADANG SUMATERA BARAT DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Rahma Hayati, Astuti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang
Kampus UNAND Limau Manih, Pauh Padang 25163
e-mail: Rahmahayati270@gmail.com, tuty_phys@yahoo.com

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel silika telah berhasil dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dari pasir pantai Purus Padang Sumatera Barat. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa pasir pantai Purus Kota Padang mengandung silika sebesar 71%. Nanopartikel silika disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi, yaitu dengan cara merendam pasir dengan HCl 10 M selama 12 jam, kemudian pasir direaksikan dengan NaOH 5 M, 6 M dan 7 M. Larutan disaring kemudian dititrasi dengan HCl 10 M sampai pH akhir mendekati 1. Hasil sintesis dikeringkan pada suhu 80 °C selama 5 jam. Berdasarkan hasil XRD ditemukan bahwa sampel yang disintesis dengan NaOH 5 M mempunyai fasa amorf, sedangkan fasa kristal ditemukan pada sampel dengan konsentrasi NaOH 6 M dan 7 M, dengan ukuran kristal lebih kecil dari pada 50 nm. Sampel silika memiliki bentuk dan ukuran partikel yang cukup bervariasi dengan ukuran partikel antara 25 nm dan 80 nm. Kata kunci : nanopartikel silika, kristal, amorf, kopresipitasi, XRD, XRF, SEM

ABSTRACT

Synthesis of silica nanoparticles has been conducted by using the coprecipitation method from Purus coast sand of Padang West Sumatera. XRF characterization results indicate that the Purus coast sand of Padang contains 71% silica. Silica nanoparticles synthesized using coprecipitation method, where the sands are soaked in 10 M HCl for 12 hours, then the sands are reacted with NaOH 5 M, 6 M and 7 M. The solution is then filtered and titrated with 10 M HCl until pH about 1 is reached. Synthesis results is dried at a temperature of 80 °C for 5 hours. XRD result show that the samples which were synthesized with NaOH 5 M has an amorphous phase, while the crystalline phase was found in the samples with concentrations of 6 M and 7 M NaOH, with crystalline sizes less than 50 nm. Samples of silica have various particles shape that are from 25 nm to 80 nm. Keywords: silica nanoparticles, crystalline, amorphous, coprecipitation, XRD, XRF, SEM

I. PENDAHULUAN

Keberadaan sumber daya alam khususnya sumber daya mineral di muka bumi ini sangat melimpah. Potensi tersebut meliputi minyak, gas dan bahan-bahan mineral (Trisko, dkk., 2013). Salah satu mineral yang terdapat di alam yang potensial untuk dikembangkan adalah silika (SiO₂). Perkembangan teknologi menjadikan aplikasi silika pada bidang industri semakin banyak terutama silika dalam ukuran partikel yang lebih kecil sampai skala nanometer. Ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda yang dapat meningkatkan kualitas produk.

Sintesis silika memerlukan perlakuan khusus untuk sampai pada skala nano, yaitu menggunakan beberapa metode seperti metode *sol-gel process*, metode *gas phase process*, metode kopresipitasi, metode *emulsion techniques*, dan metode plasma *spraying & foging process* (polimerisasi silika terlarut menjadi organo silika). Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan temperatur rendah sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat, yaitu ± 12 jam. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Rio, 2011) dan juga merupakan metode paling sederhana dan mudah dilakukan. Selain itu, proses kopresipitasi menggunakan alat dan bahan yang mudah diperoleh, sehingga proses sintesis dapat dilakukan secara fleksibel (Jayanti, 2014).

Silika terbentuk dari hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti kuarsa dan feldspar, yang berwujud bubuk putih. Silika merupakan senyawa yang tidak reaktif

dan hanya dapat dilarutkan dalam asam kuat, contohnya dengan menggunakan asam klorida (HCl). Silika mempunyai tiga bentuk kristal yaitu *quartz*, *cristobalite* dan *trydimite* (Hadi, dkk., 2011).

Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya: luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy, dkk., 2000), juga memiliki kestabilan yang bagus, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh dan membentuk sperik tunggal (Yuan, dkk., 2010). Nanopartikel SiO₂ amorf bisa digunakan dalam proses pembuatan substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal. Selain itu juga diungkapkan bahwa nanopartikel SiO₂ dapat digunakan sebagai suatu material pendukung yang ideal untuk nanopartikel magnetik, karena sangat mudah untuk mencegah tarikan magnetik dipolar anisotropik ketika diberikan medan magnet luar dan meningkatkan daya tahan terhadap korosi dari nanopartikel magnetik. Partikel silika memiliki peran yang berbeda-beda untuk masing-masing produk yang dihasilkan, dimana kualitas produk ditentukan dari ukuran dan distribusi ukuran partikel silika itu sendiri di dalam sistemnya (Zawrah, dkk., 2009). Selain itu juga dapat diaplikasikan sebagai bahan *filler* untuk pembuatan keramik, dimana *filler* berguna untuk memperkuat keramik karena *filler* tersebut dapat mengisi kekosongan pada matriks.

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis silika dari pasir pantai Purus Padang Sumatera Barat dengan menggunakan metode kopresipitasi. Dimana sebelumnya dilakukan identifikasi kandungan silika menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) pada tiga pantai, yaitu : pantai Pulau Cingkuak Pesisir Selatan Kota Painan, pantai Purus Kota Padang dan pantai Tiram Kota Pariaman. Pasir pantai dengan kandungan silika tertinggi yaitu pantai Purus Padang disintesis menjadi nanopartikel silika.

II. METODE

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, pipet spatula logam, corong kaca, cawan keramik, lumpang, kertas saring, kertas ph, timbangan digital, oven, ayakan 200 mesh. Sedangkan bahan yang digunakan adalah pasir pantai, *aquades*, HCl 10 M dan NaOH 5 M, 6 M, 7 M.

Pengambilan sampel dilakukan di tiga lokasi pantai Sumatera Barat yaitu pantai Pulau Cingkuak Pesisir Selatan Kota Painan, pantai Purus Kota Padang dan pantai Tiram Kota Pariaman. Awalnya pasir pantai di destruksi dengan cara penggerusan dan pengayakan dengan ayakan 200 mesh, kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui nilai persentase silika paling banyak diantara sampel tersebut. Selanjutnya sampel yang memiliki kandungan silika tertinggi, diekstraksi magnet dan kemudian disintesis dengan metode kopresipitasi.

Langkah-langkah metode kopresipitasi adalah sebagai berikut : sampel pasir direndam sebanyak 4 g dalam HCl 10 M selama 12 jam untuk melarutkan pengotor yang ada pada sampel. Kemudian sampel dicuci dengan *aquades* untuk memurnikannya kembali dan dikeringkan dengan oven. Selanjutnya direaksikan dengan NaOH (5 M, 6 M dan 7 M), kemudian disaring dengan kertas saring. Larutan lolos saring dititrasi sedikit demi sedikit dengan HCl dengan mengontrol sampai pH akhir. Hasil titrasi dicuci dengan *aquades* untuk menghilangkan NaCl sampai lima kali dengan *aquades* 300 ml. Setelah itu dikeringkan dengan oven pada temperatur 80 °C selama 5 jam. Setelah kadar air hilang, dilakukan penggerusan dengan lumpang sehingga didapatkan serbuk silika.

Uji karakterisasi dilakukan dengan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui fasa kristalinitas sampel serta ukuran silika dan melihat morfologi permukaan silika yang dihasilkan.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Komposisi Material Pasir Pantai

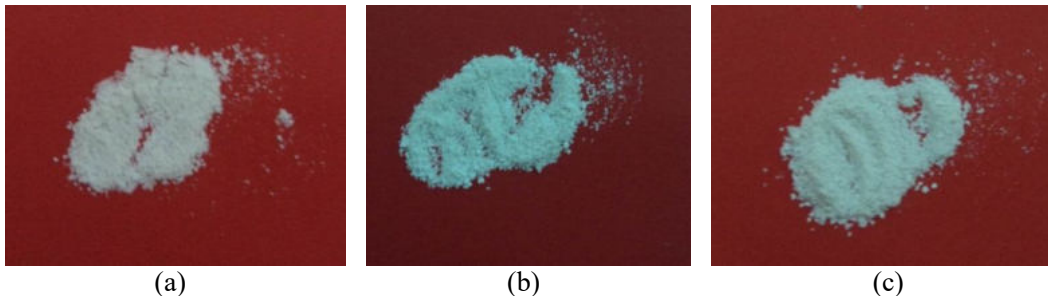
Berdasarkan hasil uji ketiga sampel pasir pantai dengan menggunakan XRF dapat diketahui bahwa pasir pantai Purus Kota Padang memiliki senyawa silika yang paling tinggi yaitu sebesar 71 %, seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Hasil karakterisasi XRF sampel pantai Purus Kota Padang

Compound	Unit	Compound	Unit	Compound	Unit
Al	17,064 %	Al ₂ O ₃	19,842 %	Al ₂ O ₃	19,813 %
Si	66,406 %	SiO ₂	71,701 %	SiO ₂	71,561 %
P	0,535 %	P ₂ O ₅	0,5 %	P ₂ O ₅	0,498 %
Cl	0,041 %	Cl	0,017 %	K ₂ O	1,369 %
K	2,891 %	K ₂ O	1,372 %	CaO	3,596 %
Ca	6,777 %	CaO	3,605 %	TiO ₂	0,38 %
Ti	0,633 %	Ti	0,229 %	V ₂ O ₅	0,008 %
V	0,013 %	V	0,005 %	MnO	0,052 %
Mn	0,115 %	Mn	0,041 %	Fe ₂ O ₃	2,497 %
Fe	5,02 %	Fe ₂ O ₃	2,505 %	CuO	0,003 %
Cu	0,007 %	Cu	0,002 %	ZnO	0,006 %
Zn	0,015 %	Zn	0,005 %	Ga ₂ O ₃	0,001 %
Ga	0,003 %	Ga	0,001 %	As ₂ O ₃	0,001 %
As	0,002 %	As	0,001 %	Rb ₂ O	0,005 %
Rb	0,014 %	Rb	0,005 %	SrO	0,027 %
Sr	0,07 %	Sr	0,023 %	Y ₂ O ₃	0,002 %
Y	0,004 %	Y	0,001 %	ZrO ₂	0,022 %
Zr	0,05 %	Zr	0,016 %	Ag ₂ O	0,115 %
Ag	0,27 %	Ag	0,107 %	Eu ₂ O ₃	0,027 %
Eu	0,066 %	Pb	0,001 %	IrO ₂	0 %
Re	0 %	Eu	0,023 %	PbO	0,001 %
Ir	0 %	Re	0 %	Cl	0,017 %
Pb	0,003 %	Ir	0 %	Re	0 %
Al	17,064 %	Al ₂ O ₃	19,842 %	Al ₂ O ₃	19,813 %

3.2 Karakterisasi Nanopartikel Silika

Hasil sintesis silika dengan variasi NaOH dapat dilihat pada Gambar 2. Dari Gambar 2 terlihat bahwa semakin besar variasi NaOH yang digunakan maka semakin besar tingkat kemurnian silika yang dihasilkan, terlihat pada hasil sintesis bahwa warna yang dihasilkan pada variasi NaOH 7 M lebih bewarna putih jika dibandingkan dengan variasi NaOH 5 M dan NaOH 6 M.

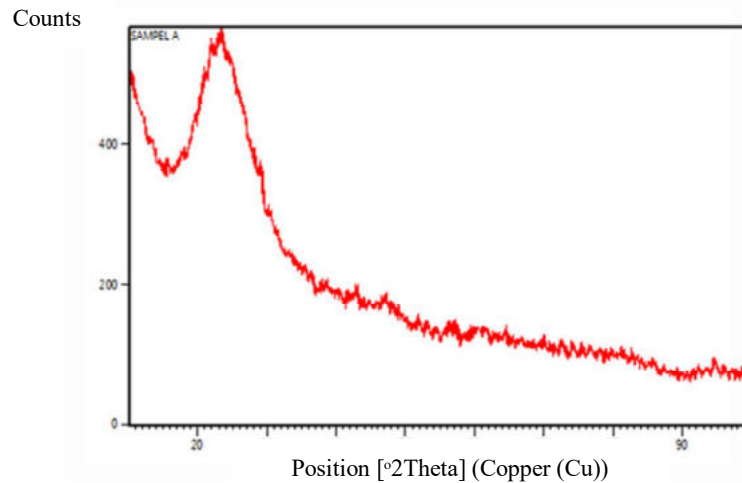


Gambar 1 Hasil sintesis silika dengan variasi (a) NaOH 5 M, (b) NaOH 6 M, (c) NaOH 7 M

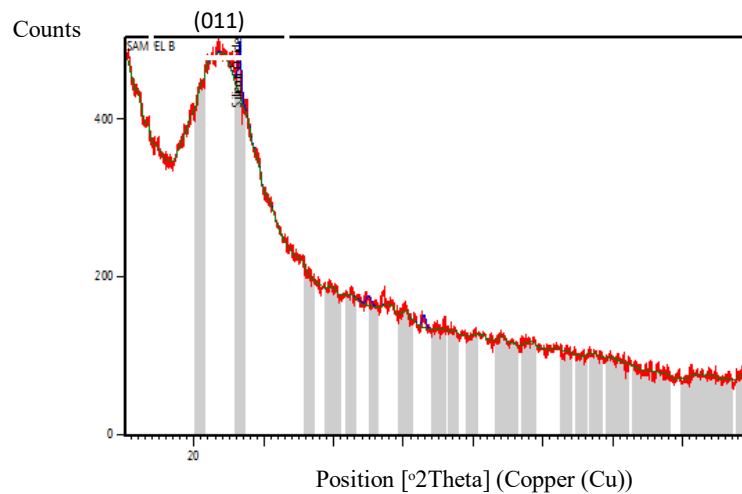
3.2.1 Struktur dan ukuran kristal

Pengujian sampel silika menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 2, Gambar 3 dan Gambar 4.

Hasil XRD tersebut kemudian dicocokkan dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Database*) untuk silika dengan kode referensi yang berbeda untuk masing-masing sampel. Dari Gambar 2 tidak terlihat adanya puncak-puncak difraksi yang tajam. Hal ini menunjukkan bahwa sampel dengan variasi NaOH 5 M mempunyai fasa amorf, dimana struktur atom-atom yang terbentuk tidak beraturan.



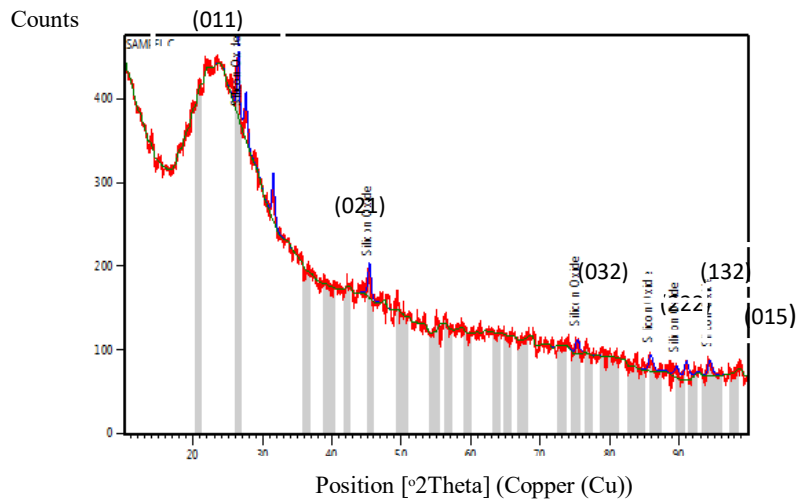
Gambar 2 Hasil XRD sampel dengan NaOH 5 M



Gambar 3 Hasil XRD sampel dengan NaOH 6 M

Gambar 3 adalah hasil karakterisasi XRD sampel dengan NaOH 6 M. Berdasarkan Gambar 3 terlihat adanya puncak difraksi yang tajam. Hal ini menunjukkan bahwa struktur silika yang terbentuk adalah kristal, dengan satu orientasi kristal atau monokristal, dengan indeks bidang (011). Pola-pola difraksi yang terbentuk merupakan akibat adanya hamburan atom-atom yang terletak pada bidang hkl dalam kristal tersebut.

Menurut data ICDD dengan kode referensi 01-075-8320 struktur kristal yang terbentuk adalah heksagonal dengan $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$, hasil ini sesuai dengan teori dimana silika murni memiliki struktur heksagonal dengan puncak tertinggi berada pada sudut $2\theta = 26.5318^\circ$ dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) sebesar 0.5117. Pada hasil XRD tersebut juga dapat diketahui nilai parameter kisi dari sampel dengan variasi NaOH 6 M dimana nilai $a = 4,9230 \text{ \AA}$, $b = 4,9230 \text{ \AA}$ dan $c = 5,4090 \text{ \AA}$.



Gambar 4 Hasil XRD sampel dengan NaOH 7 M

Gambar 4 adalah hasil karakterisasi XRD sampel dengan NaOH 7 M. Pada Gambar 4 terlihat struktur silika yang terbentuk merupakan kristal dimana terdapat banyak puncak-puncak difraksi. Menurut data ICDD dengan kode referensi 01-089-8938, struktur kristal silika yang terbentuk adalah heksagonal yang memiliki puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 26.4821^\circ$ dan nilai FWHM sebesar 0.3582 serta juga diketahui nilai parameter kisi dari sampel dengan variasi NaOH 7 M dimana nilai $a = 4,9509 \text{ \AA}$, $b = 4,9509 \text{ \AA}$ dan $c = 5,4285 \text{ \AA}$.

Hasil karakterisasi menggunakan XRD dapat ditentukan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer. Hasil perhitungan ukuran kristal dari silika dengan variasi molar NaOH 6 M dan 7 M dapat dilihat pada Tabel 2. Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa nanopartikel silika terdiri dari nanokristalin, dimana ukuran kristalnya $\leq 100 \text{ nm}$. Pada sampel dengan variasi NaOH 6 M ukuran kristal silika adalah 31,93 nm sedangkan pada sampel dengan variasi NaOH 7 M ukuran kristal silika adalah 45,57 nm.

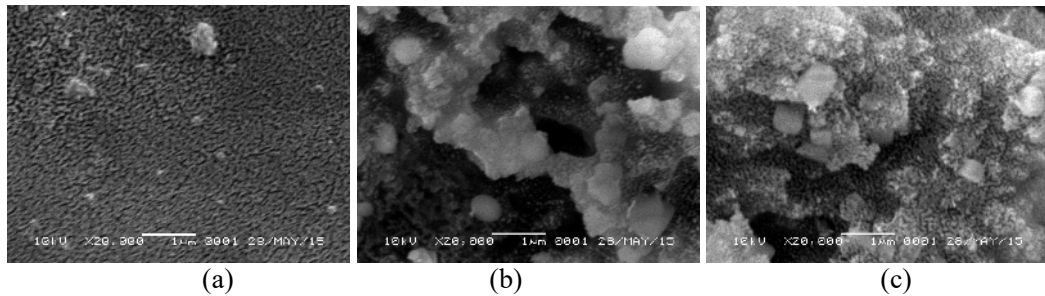
Tabel 2 Ukuran Kristal Silika dengan variasi molar NaOH 6 M dan 7 M

Sampel	Molar NaOH	B (rad)	θ ($^\circ$)	D (nm)
B	6 M	0,00446	13,27	31,93
C	7 M	0,00312	13,24	45,57

Berdasarkan karakterisasi menggunakan XRD dapat disimpulkan bahwa adanya pengaruh konsentrasi NaOH terhadap kristalinitas silika. Peningkatan konsentrasi NaOH dari 5 M menjadi 6 M menyebabkan terbentuknya keteraturan susunan atom-atom dalam silika, yaitu fase amorf menjadi fase kristal dan konsentrasi NaOH sampai 7 M menunjukkan kristalinitas yang semakin baik dengan munculnya beberapa puncak difraksi dan peningkatan ukuran kristal.

3.2.2 Morfologi permukaan Silikon Dioksida (SiO_2)

Hasil karakterisasi sampel dengan variasi NaOH 5 M, 6 M dan 7 M menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 5. Pada Gambar 5(a) terlihat bahwa permukaan dari silika lebih homogen (seragam), dimana partikelnya tidak terlalu terlihat namun yang terlihat hanya berupa bulir-bulir saja. Berdasarkan Gambar 5(b) diketahui bahwa partikel silika mempunyai ukuran di bawah 100 nm, yaitu antara 45 nm dan 80 nm. Sebagian besar dari partikel-partikel kecil tersebut membentuk partikel yang besar atau beraglomerasi dan membentuk nanostruktur. Dari Gambar 5(c) terlihat bahwa ukuran partikel silika yang dihasilkan adalah antara 25 nm dan 70 nm, dimana sampel ini mempunyai puncak-puncak difraksi yang tinggi.



Gambar 5 Morfologi permukaan sampel perbesaran 20.000x
 (a) sampel dengan NaOH 5 M (b) sampel dengan NaOH 6 M (c) sampel dengan NaOH 7 M

Usaha untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi dan ukuran partikel dalam skala nanometer menggunakan metode kopresipitasi dilakukan dengan beberapa perlakuan awal. Salah satu perlakuan yang dilakukan adalah merendam pasir dalam larutan HCl 10 M selama 12 jam untuk mereduksi zat pengotor yang ada dalam pasir sebelum dilanjutkan dengan proses sintesis.

Penggunaan variasi molaritas NaOH dan pH akhir saat titrasi dalam penelitian ini untuk mendapatkan kemurnian dan ukuran yang ingin dicapai. Berdasarkan konsentrasi NaOH yang digunakan ternyata konsentrasi tertinggi yaitu 7 M menghasilkan kemurnian silika tertinggi. Hal ini terlihat dari hasil XRD yang menunjukkan bahwa silika tersebut memiliki struktur kristal dan memiliki banyak arah orientasi kristal atau yang disebut dengan polikristal.

IV. KESIMPULAN

Pasir pantai yang memiliki kandungan silika tertinggi adalah dari pasir pantai Purus Kota Padang yaitu sebesar 71,701 %. Dari hasil karakterisasi XRD diketahui hasil penggunaan NaOH 5 M menghasilkan silika yang memiliki struktur amorf, dimana atom-atom tersusun tidak beraturan. Sedangkan penggunaan NaOH 6 M dan 7 M menghasilkan silika dengan struktur kristal, dimana atom-atomnya tersusun teratur dan memiliki struktur heksagonal. Ukuran partikel yang terbentuk cukup bervariasi yaitu 25 nm – 80 nm, dengan bentuk partikel yang tidak homogen dan membentuk gumpalan (aglomerasi).

DAFTAR PUSTAKA

- Hadi, S., Munasir., dan Triwikantoro., 2011, Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, Vol.7, No 2, Jur. Fisika ITS.
- Jayanti, D.N., 2014, Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitasi, *Skripsi*, Yogyakarta.
- Kalpathy., Proctor, A., Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*. Vol. 73, hal. 257-262.
- Rio, B.F., 2011, Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik, *Jurnal Nanoteknologi*, UNAND, Padang.
- Trisko, N., Hastiawan, I., Rakhmawaty, D.E., 2013, Penentuan Kadar Silika dari Pasir Limbah Pertambangan dan Pemanfaatan Pasir Limbah Sebagai Bahan Pengisi Bata Beton, *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*, PTNBR – BATAN, Bandung.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M., 2010, Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized and Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells, *Journal of Health Science*, Vol. 56, No. 6, hal 632-640.
- Zawrah, M.F., EL-Kheshen, 2009, Facile And Economic Synthesis of Silica Nanoparticles, *J Ovonic Research*, Vol. 5, hal 129-133.