

Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis Nanopartikel Silika Pantai Purus Kota Padang

Tika Yulian Rozi*, Astuti

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang
Kampus UNAND Limau Manih, Pauh Padang 25163

*tikayulianrozi@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel silika telah berhasil dilakukan dengan menggunakan bahan pasir pantai Purus Sumatera Barat. Nanopartikel silika disintesis menggunakan metode kopresipitasi, yaitu dengan cara merendam pasir dengan HCl 10 M selama 12 jam kemudian pasir direaksikan dengan NaOH 7 M. Larutan disaring kemudian dititrasi dengan HCl 10 M sampai pH akhir mendekati 1-2. Hasil sintesis di kalsinasi dengan variasi temperatur 600°C, 700°C dan 800°C selama 5 jam. Berdasarkan hasil XRD diketahui bahwa sampel yang dikalsinasi dengan temperatur 600°C memiliki kristal silika kuarsa dengan hasil sampingan berupa NaCl. Kristal silika kuarsa dan kristobalit ditemukan pada sampel dengan temperatur kalsinasi 700°C dan 800°C. Ukuran kristal ketiga sampel lebih besar dari pada 100 nm. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel memiliki bentuk partikel yang tidak homogen dan mengalami penggumpalan.

Kata kunci : nanopartikel, silika, kalsinasi, XRD, SEM

ABSTRACT

Synthesis of silica nanoparticles has been conducted from Purus coast sands of West Sumatra. The synthesis was conducted using coprecipitation method, by soaking the sands into 10 M HCl for 12 hours and then were reacted with 7 M NaOH. The solution was filtered and then titrated with 10 M HCl until pH of about 1-2. The synthesis result was calcined with temperature variation of 600°C, 700°C and 800°C for 5 hours. XRD patterns show that the sample which is calcined at a temperature of 600°C has quartz silica crystal and NaCl. Crystobalite and quartz silica crystal found in the samples with calcination temperature of 700°C and 800°C. Crystalline sizes of the three samples are larger than 100 nm. SEM result show that all samples have inhomogeneous particle form and agglomerated.

Keywords: nanoparticles, silica, calcination, XRD, SEM.

I. PENDAHULUAN

Pasir pantai di Indonesia umumnya berwarna putih dan cenderung mengandung material berupa pasir kuarsa atau pasir silika. Pasir silika terdiri atas kristal-kristal silika (SiO₂) dan mengandung senyawa pengotor seperti oksida besi, oksida kalsium, oksida alkali, oksida magnesium, tanah liat dan zat organik hasil sisa-sisa hewan serta tumbuhan (Fairus dkk., 2009)

Penggunaan pasir silika sudah berkembang meluas, baik langsung sebagai bahan baku utama maupun bahan campuran. Sebagai bahan baku utama, misalnya digunakan dalam industri gelas kaca, semen, mosaik keramik, bahan baku fero silikon, *silicon carbide* bahan abrasit (ampelas dan *sand blasting*), sedangkan sebagai bahan campuran, misal dalam industri cor, industri perminyakan dan pertambangan, bata tahan api (refraktori), dan lain sebagainya.

Pasir silika yang terdapat di alam dapat diubah ukurannya menjadi skala nanometer yang disebut dengan nanopartikel silika. Nanopartikel merupakan partikel yang memiliki ukuran <100 nm. Nanopartikel silika memiliki beberapa keunggulan yaitu luas permukaan terhadap volume lebih besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy, dkk., 2000). Nanopartikel silika terdiri atas 2 yaitu amorf dan kristal. Nanopartikel silika amorf bisa digunakan dalam proses pembuatan substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal. Nanopartikel silika kristal dapat dimanfaatkan sebagai katalis yang baik karena mempunyai luas permukaan yang besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert. 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)

Nanopartikel silika dapat disintesis dengan beberapa metode, yaitu metode *sol-gel*, metode *gas phase process*, metode kopresipitasi dan lain-lain. Metode yang sering digunakan

adalah metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Metode kopresipitasi mempunyai beberapa kelebihan diantaranya yaitu prosesnya yang menggunakan temperatur rendah dengan waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat dan juga merupakan metode yang sederhana dan mudah dilakukan. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Rio, 2011). Proses kopresipitasi menggunakan alat dan bahan yang mudah diperoleh dengan biaya yang relatif murah (Jayanti, 2014).

Nanopartikel silika yang dihasilkan dari proses kopresipitasi dapat berupa amorf maupun kristal. Silika dalam struktur kristal memiliki susunan atom yang lebih teratur dari pada silika amorf. Nanopartikel silika dapat ditingkatkan kristalinitasnya dengan melakukan kalsinasi, yaitu pemanasan dengan suhu tinggi yang tidak melebihi titik lelehnya atau pengaruh tekanan (Nisa dan Munasir, 2015). Rizka dan Triwikantoro (2014) mensintesis nanopartikel silika dengan metode kopresipitasi menggunakan HCl 2 M dan NaOH 7 M. Silika yang digunakan berasal dari pasir pantai Tuban, Jawa Timur yang dikalsinasi pada temperatur 900 °C dan 950 °C dengan waktu tahan 4, 6, 8 dan 10 jam. Pada temperatur 900 °C selama kurang dari 8 jam masih berbentuk silika amorf, sedangkan pada kalsinasi 950 °C selama 4, 6, 8, 10 jam berbentuk gabungan dari silika amorf dan kristal, semakin lama waktu kalsinasi yang diberikan, puncak kristal dari fasa kristobalit semakin meningkat. Latif dkk (2014) dengan menggunakan metode dan sumber silika yang sama menghasilkan silika kuart pada temperatur 800°C dan 1000 °C sedangkan pada temperatur 1200 °C terbentuk silika kuart dan kristobalit dengan waktu tahan 4 jam.

Pada penelitian lain, Hayati dan Astuti (2015) telah mensintesis nanopartikel silika dari pasir pantai Purus kota Padang, dengan menggunakan metode kopresipitasi. Penelitian ini menggunakan HCl 10 M dengan variasi terhadap konsentrasi NaOH yaitu 5 M, 6 M dan 7 M. Hasil sintesis NaOH 5 M mempunyai fasa amorf, sedangkan fasa kristal ditemukan pada sampel dengan konsentrasi NaOH 6 M dan 7 M, dengan ukuran kristal kecil dari 80 nm. Penelitian tersebut tidak menggunakan kalsinasi. Penelitian ini dilanjutkan dengan melakukan kalsinasi dengan temperatur 600 °C, 700 °C dan 800 °C dan diharapkan menghasilkan nanopartikel silika dengan kristalinitas yang lebih tinggi.

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*, *furnace*, los angeles machine dan *hot magnetic stirrer*. Sedangkan bahan yang digunakan adalah pasir pantai, aquades, HCl 10 M dan NaOH 7 M.

Pengambilan sampel pasir dilakukan di pantai Purus Kota Padang. Awalnya pasir pantai di destruksi dengan cara penggerusan dengan Los Angeles *machine* dan pengayakan dengan ayakan 200 mesh, selanjutnya diekstraksi magnet dan kemudian disintesis dengan metode kopresipitasi.

Langkah-langkah metode kopresipitasi adalah sebagai berikut : sampel pasir direndam sebanyak 60 g dalam HCl 10 M selama 12 jam. Perendaman ini bertujuan untuk melarutkan pengotor yang ada pada pasir sebelum dilanjutkan dengan sintesis. Kemudian sampel dicuci dengan aquades untuk memurnikannya kembali dan dikeringkan dengan oven. Selanjutnya direaksikan dengan NaOH 7 M, kemudian disaring dengan kertas saring. Larutan lolos saring dititrasi sedikit demi sedikit dengan HCl dengan mengontrol sampai pH akhir 1-2. Hasil titrasi dicuci dengan aquades untuk menghilangkan NaCl sampai lima kali dengan aquades 300 ml. Setelah itu dilakukan kalsinasi dengan variasi temperatur 600 °C, 700 °C dan 800 °C selama 5 jam. Setelah dikalsinasi dilakukan penggerusan dengan lumpang sehingga didapatkan serbuk silika.

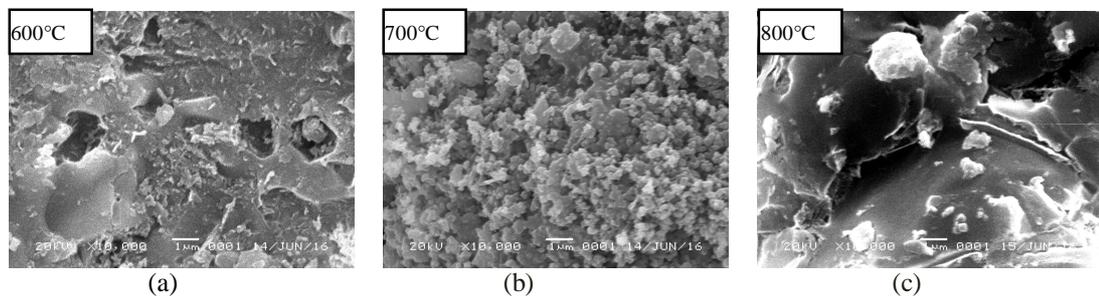
Karakterisasi dilakukan dengan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui fasa kristalinitas sampel serta ukuran silika dan melihat morfologi permukaan silika yang dihasilkan.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Morfologi Permukaan Silikon Dioksida

Morfologi permukaan sampel menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 1. Pada sampel dengan temperatur kalsinasi 600 °C terlihat bahwa permukaan dari silika tidak homogen (tidak seragam), dimana terdapat beberapa aglomerasi (gumpalan). Bentuk partikel dan gumpalan yang dihasilkan tidak beraturan.

Hasil karakterisasi sampel pada temperatur kalsinasi 700 °C menghasilkan partikel dengan ukuran dan bentuk yang tidak beraturan. Sebagian besar dari partikel-partikel kecil tersebut membentuk partikel yang besar atau beraglomerasi dengan ukuran yang berbeda-beda. Hasil karakterisasi sampel pada temperatur 800 °C menggambarkan partikel dengan ukuran dan bentuk yang tidak beraturan terdiri dari beberapa gumpalan-gumpalan. Jadi, peningkatan temperatur kalsinasi menyebabkan perubahan struktur permukaan partikel silika yang dihasilkan. Semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan maka partikel yang dihasilkan semakin mengalami penggumpalan. Pada temperatur 700 °C struktur permukaan yang dihasilkan lebih homogen dari pada temperatur 600 °C dan 800 °C.



Gambar 1 Morfologi Permukaan Sampel Perbesaran 10.000x

3.2 Hasil XRD Nanopartikel Silika

Hasil XRD untuk temperatur kalsinasi 600 °C dapat dilihat pada Gambar 2. Pada Gambar 2 terlihat adanya puncak-puncak difraksi yang tajam. Puncak-puncak tersebut terdiri atas puncak difraksi silika kuart dan NaCl. NaCl merupakan hasil sampingan dari sampel A. Puncak-puncak difraksi yang tajam menunjukkan bahwa struktur silika yang terbentuk adalah kristal. Kristal silika yang dihasilkan memiliki indeks miller [101] pada puncak tertinggi yaitu pada sudut $2\theta = 26,641^\circ$.

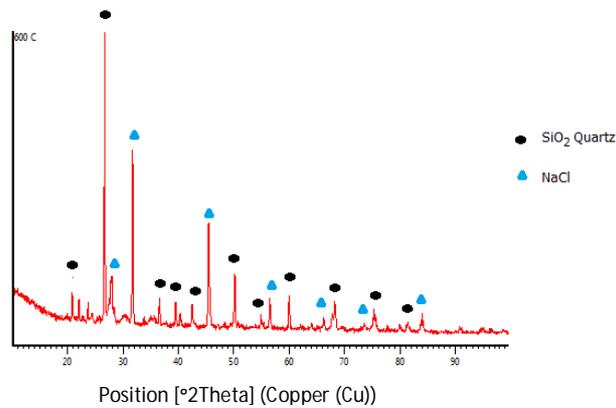
Pola-pola difraksi yang terbentuk merupakan akibat adanya hamburan atom-atom yang terletak pada bidang hkl dalam kristal tersebut. Menurut data ICDD dengan kode referensi 01-079-1906 struktur kristal yang terbentuk adalah heksagonal dengan $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$. Hasil ini sesuai dengan teori dimana silika murni memiliki struktur heksagonal. Silika kuart yang dihasilkan memiliki nilai FWHM sebesar 0,1535.

Hasil XRD silika pada temperatur 700 °C dapat dilihat pada Gambar 3. Pada Gambar 3 terlihat adanya puncak-puncak difraksi yang tajam terdiri atas silika kuart dan silika kristobalit. Indeks miller [011] dihasilkan pada puncak tertinggi dengan sudut $2\theta = 26,631^\circ$ untuk silika kuart. Menurut data ICDD dengan kode referensi 01-086-1560 struktur kristal silika kuart yang terbentuk adalah heksagonal dengan $\alpha = \beta = 90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$. Silika yang dihasilkan memiliki struktur heksagonal dengan nilai FWHM sebesar 0,1279.

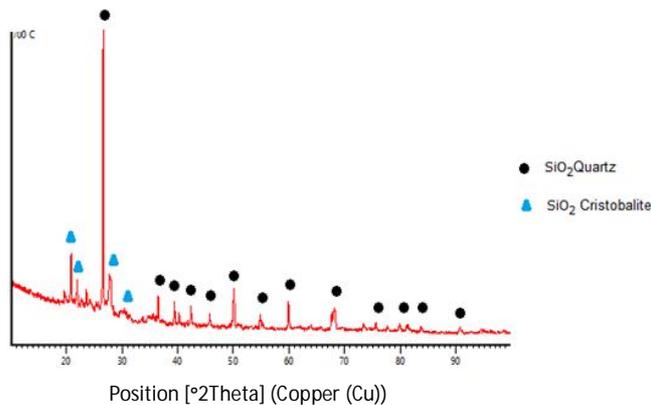
Silika kristobalit yang dihasilkan berbentuk tetragonal dengan indeks miller [101] pada sudut $2\theta = 21,923^\circ$. Menurut data ICDD dengan kode 01-074-9378, silika kristobalit yang dihasilkan memiliki $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dengan nilai FWHM sebesar 0,1023.

Gambar 4 merupakan hasil XRD silika dengan temperatur kalsinasi 800 °C. Pada gambar 4 terlihat struktur silika yang terbentuk merupakan kristal dimana terdapat banyak puncak-puncak difraksi. Menurut data ICDD dengan kode referensi 01-075-8320, struktur kristal silika kuart yang terbentuk adalah heksagonal. Puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 26,600^\circ$ dan nilai FWHM sebesar 0,1279.

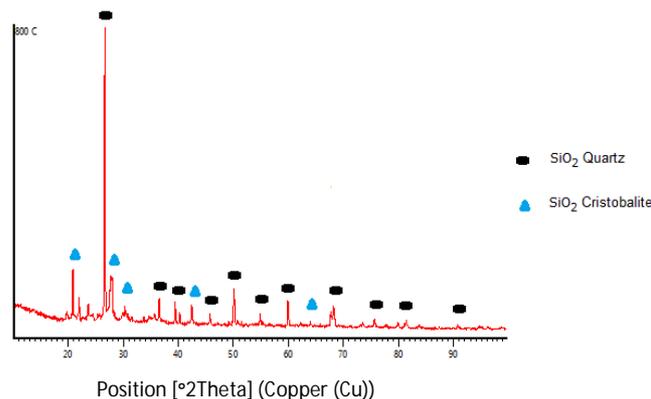
Selain menghasilkan silika kuart, sampel C juga menghasilkan silika kristobalit. Silika kristobalit yang terbentuk berstruktur tetragonal dengan indeks miller [101] pada sudut $2\theta = 21,923$. Menurut data ICDD dengan kode 01-074-9378, silika kristobalit yang dihasilkan memiliki $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dengan nilai FWHM sebesar 0,1535.



Gambar 2 Hasil XRD Silika dengan Temperatur Kalsinasi 600 °C



Gambar 3 Hasil XRD Silika dengan Temperatur Kalsinasi 700 °C



Gambar 4 Hasil XRD Silika dengan Temperatur Kalsinasi 800 °C

Sampel C mempunyai tingkat kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan sampel B. Perbedaan temperatur menyebabkan perubahan struktur kristal. Struktur kristal mengalami perubahan karena posisi atom-atom dapat berubah seiring dengan kenaikan temperatur. Struktur atom yang terbentuk semakin kuat sehingga kristalinitas silika yang dihasilkan semakin meningkat. Hal ini sesuai dengan teori, semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan maka kristalinitas nanopartikel silika yang dihasilkan akan semakin tinggi.

Pola difraksi XRD juga dapat menentukan ukuran kristal. Ukuran kristal dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer. Hasil perhitungan ukuran kristal dari silika dengan variasi temperatur kalsinasi 600 °C, 700 °C dan 800 °C dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Ukuran kristal Silika dengan variasi temperatur kalsinasi

Sampel	Temperatur kalsinasi (°C)	B (rad)	θ (°)	D (nm)
A	600	0,00133886	13,32725	106,370
B	700	0,00111560	13,29695	127,624
C	800	0,00111560	13,30175	127,670

Tabel 1 menjelaskan bahwa peningkatan temperatur dari 600 °C menjadi 700 °C memberikan perubahan ukuran kristal yang cukup tinggi. Perubahan ini disebabkan karena nilai FWHM yang dihasilkan sangat jauh berbeda. Selain itu, temperatur 600 °C merupakan temperatur yang tidak jauh berbeda dengan temperatur kuart rendah. Ukuran kristal sampel B dengan sampel C tidak jauh berbeda karena temperatur kedua sampel masih berada pada rentang silika kuart tinggi. Pada kuart tinggi perubahan kristal yang dihasilkan tidak terlalu signifikan.

Tabel 2 Volume unit sel dengan variasi temperatur kalsinasi

Sampel	Struktur Silika	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Volume Unit Sel
A	Kuart	4,9134	4,9134	5,4052	130,49
B	Kuart	4,9160	4,9160	5,4054	130,63
	Kristobalit	4,9836	4,9836	4,9836	123,77
C	Kuart	4,9230	4,9230	5,4090	131,09
	Kristobalit	4,9836	4,9836	6,9549	172,73

Tabel 2 memperlihatkan karakteristik nanopartikel silika serta volume unit sel yang dihasilkan. Pada sampel A hanya terbentuk silika kuart sedangkan sampel B dan C sudah ditemukan silika dengan tingkat kristalinitas yang lebih tinggi yaitu silika kristobalit. Selain itu, dengan peningkatan temperatur juga terjadi peningkatan pada volume unit sel silika yang dihasilkan.

Struktur silika kuart yang dihasilkan oleh ketiga sampel memiliki volume unit sel yang tidak jauh berbeda. Perbedaan yang tidak terlalu jauh disebabkan karena temperatur yang digunakan tergolong pada temperatur silika kuart tinggi. Namun demikian, silika kristobalit yang dihasilkan oleh sampel B dan sampel C memiliki perbedaan volume unit sel dengan rentang yang cukup jauh. Perubahan temperatur mempengaruhi posisi atom-atom silika, sehingga terjadi perbedaan volume unit sel pada temperatur yang berbeda.

IV. KESIMPULAN

Hasil SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan menyebabkan partikel silika semakin menggumpal. Pada temperatur 600 °C dan 700 °C masih terlihat adanya partikel-partikel yang tidak mengalami penggumpalan. Namun pada temperatur 800 °C tidak terlihat adanya partikel-partikel yang tidak menggumpal.

Hasil XRD nanopartikel silika dari pasir pantai Purus Kota Padang pada temperatur kalsinasi 600 °C menghasilkan silika kuart dengan struktur heksagonal. Sampel tersebut menghasilkan NaCl sebagai hasil sampingan. Sedangkan penggunaan temperatur kalsinasi 700 °C dan 800 °C menghasilkan silika kuart dan silika kristobalit. Silika kuart yang dihasilkan berstruktur heksagonal. Struktur tetragonal dihasilkan oleh silika kristobalit. Ukuran kristal silika pada temperatur 600 °C sebesar 106,370 nm, pada temperatur 700 °C sebesar 127,624 dan pada temperatur 800 °C sebesar 127,670.

DAFTAR PUSTAKA

- Fairus, Sirin., Haryono., Sugita, H., M., Sudrajat, Agus, 2009, Proses Pembuatan Waterglass dari Pasir Silika dengan Pelebur Natrium Hidroksida, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, Vol. 8, No. 2, hal. 56-62.
- Hayati, R., Astuti, 2015, Sintesis Nanopartikel Silika dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 4, No. 3, Fisika UNAND, hal. 282-287.
- Jayanti, D.N., 2014, Optimalisasi Parameter pH pada Sintesis Nanosilika dari Pasir Besi Merapi Dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopresipitasi, *Skripsi, Fisika, UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta*.
- Kalapathy., Proctor, A., Shultz, J., 2000, A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*, Vol. 73, hal. 257-262.
- Latif, C, Triwikantoro, Munasir, 2014, Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur Silika. *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, Vol. 3, No.2.
- Nisa, Z dan Munasir, 2015, Studi Morfologi Silika Hasil Kalsinasi dengan Metode Sintesis Hidrotermal – Kopresipitasi, *Jurnal Fisika*, Vol. 4, No. 1, hal. 41-44.
- Rio, B.F., 2011, Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik, *Jurnal Nanoteknologi*, UNAND, Padang.
- Rizka, A. B dan Triwikantoro, 2014, Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Waktu Penahanan terhadap Pertumbuhan Kristal Nanosilika, *Jurnal Teknik Pomits*, Vol. 1, No. 1, ITS, hal. 1-5.
- Zawrah, M.F., EL-Kheshen, 2009, Facile And Economic Synthesis of Silica Nanoparticles, *Journal of Ovonic Research*, Vol. 5, hal 129-133.