Jurnal Sains dan Edukasi Sains
Vol.7, No.2, Agustus 2024: 118-127
https://doi.org/10.24246/juses.v7i2p118-127

Pengaruh Pelarut terhadap Struktur Nanopartikel Silika dari Limbah Batu Akik

Lodowik Landi Pote*, Anggelinus Nadut, Gertreda Latumakulita

Universitas Katolik Widya Mandira Kupang, Fakultas MIPA, Prodi Kimia, Kupang-Indonesia, Jln. A. Yani No. 50-52 Kupang-NTT 85225

*e-mail korespodensi: lodopote@ymail.com

Received: 30 Mei 2023; ***Revised***: 10 Oktober 2023; ***Accepted***: 24 April 2024; ***Published***: 1 Agustus 2024

ABSTRAK

Indonesia memiliki kekayaan sumber daya alam khususnya sumber daya geologi berupa batu mulia. Salah satu daerah dengan kekayaan alam berupa batu akik (agate) adalah Kabupaten Timor Tengah Utara (TTU) Provinsi Nusa Tenggara Timur. Sisa kerajinan batu permata atau batu akik merupakan limbah yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pelarut terhadap struktur nanopartikel silika darii limbah batu akik. Metode penelitian ini yaitu isolasi silika diawali pencucian dengan HCl 4 M. Selanjut sintesis natrium silikat dengan penambahan NaOH 4 M, kemudian sintesis nanosilika menggunakan pelarut metanol dan etanol pada pH 12. Nanosilika dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDX, BET-SAA. Hasil penelitian menunjukkan pelarut metanol dan etanol berpengaruh terhadap struktur nanopartikel silika. Hasil analisis XRD nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol menunjukkan silika gel berfasa amorf. Hasil analisis FTIR nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan. Morfologi nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol diperoleh nanosilika ukuran partikel yang tidak homogen dan membentuk gumpalan (aglomerasi). Hasil analisis EDX nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol mengandung unsur Si dan O. Hasil analisis BET nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol menunjukkan luas permukaan, ukuran pori dan volume pori masing-masing adalah 207,559 m^2/g, 2,921 nm dan 0,303 cc/g. sedangkan nanosilika sintesis menggunakan pelarut etanol adalah 1,664 m^2/g; 11,843 nm dan 0,0099 cc/g. Semakin polar palarut semakin besar luas permukaan dan volume pori. Sedangkan diameter pori semakin kecil. Mengacu aturan IUPAC silika gel hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol diperoleh struktur pori berukuran mesopori.

Kata-kata kunci*: limbah batu akik; pelarut; sol-gel; silika gel; karakterisasi*

PENDAHULUAN

Batu Akik merupakan mineral atau batu yang terbentuk secara alami dari hasil proses geologi yang unsurnya terdiri atas satu atau beberapa komponen kimiawi yang memiliki harga jual tinggi. Batu akik mengandung senyawa silika oksida seperti batu giok Jadiete mengandung SiO_2 (58,61%), batu giok Neprite Actinolite SiO_2 (54,86%), batu giok Neprite Tremolite SiO_2 (59,17%), batu giok Sepertine Clinochrysotile SiO_2 (43,36%), batu giok Sepertine Antigoride SiO_2 (39,95%), batu giok Vesuvianite SiO_2 (38,03%), dan batu permata Bio-Solar SiO_2 (19,7%) (Nizar & Mursal, 2016).

Sisa-sisa hasil kerajinan perhiasan permata (batu akik) merupakan limbah yang kaya akan senyawa silikon dioksida (SiO_2) yang bernilai ekonomi tinggi dan dapat diolah menjadi silika gel. Kandungan silika dalam limbah batu akik yang tinggi sehingga dapat dijadikan sumber silika untuk sintesis nanopertikel silika. Nanopartikel silika merupakan salah satu bahan kimia berbentuk padatan yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, diantaranya sebagai penjerap uap air pada penyimpanan bahan-bahan yang bersifat higroskopis, atau mudah menjerap uap air seperti berbagai produk makanan dan juga obat-obatan (Sulastri, 2009).

Sintesis silika gel yang bersumber dari bahan alam maupun dari bahan sintesis dapat disintesis dengan menggunakan metode sol-gel. Sintesis silika gel dengan pemanfaatan limbah sekam padi melalui proses sol gel dan diperoleh memiliki *surface area* lebih besar dengan penambahan HCl dibandingkansilikan gel dengan penambahan asam asetat (Handayani et al., 2014). Menurut (Chaidir et al., 2016) sintesis nanopartikel silika dari abu terbang menggunakan metode sol-gel dengan pelarut metanol diperoleh nanopartikel silika dengan struktur *amorf*. Sintesis nanosilika dari sekam padi dengan metode sol-gel menggunakan pelarut etanol diperoleh silika nanocups dengan struktur *amorf* dan memiliki ukuran yang tidak uniform. Silika *amorf* memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan

(Andreas et al., 2016). Sintesis nanopartikel silika dari pasir dengan metode Kopresipitasi dan diperoleh silika yang memiliki bentuk dan ukuran partikel yang cukup bervariasi dengan ukuran partikel antara 25 nm dan 80 nm (Hayati & Astuti, 2015). Sintesis nanopartikel silika dengan berbagai jenis pelarut alkohol dapat berpengaruh terhadap struktur partikel. Pengaruh kepolaran dari pelarut sangat berpengaruh terhadap karakteristik partikel yang dihasilkan dari proses hidrolisis sol-gel (Ridwan & Sri Wahyuni, 2015).

Silika dapat diisolasi dari limbah batu akik dengan metode sol-gel yang terdiri dari dua tahapan yakni hidrolisis dan reaksi kondensasi. Dalam fase larutan, partikel koloid akan terhidrolisis pada pH asam atau basa. Pada pH netral akan lebih cepat mengalami reaksi kondensasi dengan membuat gel tiga dimensi (3D) dimana saling berikatan silang dengan partikel sol dakam ikatan siloksan. Reaksi kondensasi itu *reversible*, sehingga silika dapat berubah struktur dengan mudah. Setelah dipanaskan, perbedaan biomolekul dapat melekatkan matriks gel silika dan *control lably released*, mengandalkan pada struktur dan porositas dari mesopori silika nanopartikel. Perbedaan pori dan porositas mesopori silika nanopartikel dapat mengatur parameter seperti pH, suhu, bahan, pelarut, katalis, prekursor, dan bahan tambahan dalam konsentrasi berbeda (Fadhlulloh et al., 2014). Tahapan metode sol-gel yang pertama adalah hidrolisis, reaksinya adalah:

$$Si(OC_2H_5)_4 + 4H_2O \xrightarrow[pH\,11\text{–}12\,(NH_3)]{in\ ethanol} Si(OH)_4 + 4C_2H_5OH$$

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa, atau netral sehingga menghasilkan sol koloid. Setelah mengalami reaksi hidrolisis, maka reaksi kondensasi akan berlangsung. Produk dari reaksi hidrolisis tersebut sangat berperan dalam proses reaksi kondensasi. Reaksinya adalah:

$$Si(OR)_4 + (OH)Si(OR)_3 \rightarrow (OR)_3Si - O - Si(OR)_3 + ROH$$
$$(OR)_3Si(OH) + (OH)Si(OR)_3 \rightarrow (OR)_3Si - O - Si(OR)_3 + ROH$$

Pada tahapan kondensasi gugus hidroksil dari produk intermediet, [(OH)xSi(OR)] akan bereaksi dengan gugus etoksi dari silikat dan terkondensasi dengan alkohol atau dengan gugus hidroksil dari produk intermediet yang terkondensasi dengan air untuk membentuk jembatan Si-O-Si. Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk (Budiharti & Supardi, 2015).

Berdasarkan uraian di atas, sintesis menggunakan metode sol gel beberapa faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis, diantaranya pemilihan pelarut. Polaritas pelarut dapat berpengaruh pada proses hidrolisis sehingga ukuran pori yang diperoleh berbeda. Oleh sebab itu, pelarut metanol memiliki polaritas tinggi dibandingkan dengan etanol sehingga ukuran partikel yang akan dihasilkan dapat berbeda. Oleh karena itu, pelarut yang digunakan dalam penelitian ini adalah metanol dan etanol. Penggunaan pelarut metanol dan etanol bertujuan untuk mengetahui pengaruh pelarut terhadap struktur ukuran partikel silika gel dari limbah batu akik.

EKSPERIMEN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah timbangan analitik, XRF (*X-Ray Fluorescence*) Merk : PANalytical, Type : Minipal 4 pengujian pada Laboratorium Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang, X-ray Diffractometer (XRD) merek Bruker D2 Phaser, FT-IR Merk Shimadzu-Type IR Prestige 21, SEM-EDX merek Phenom Desktop ProXL, *Brunauer-Emmet-Teller-surface area analyser* (BET-SAA*) merek* Quantachrome Novatouch Lx4 pengujian di Laboratorium Terpadu UII**,** pengayak 200 *mesh* dan mortar.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan serbuk limbah batu akik, padatan NaOH (Merck), HCl pekat, metanol p.a, etanol p.a. dan NH_3 pekat.

Prosedur Penelitian

Pengambilan dan Preparasi Sampel

Sampel limbah batu akik dalam bentuk bongkahan diambil dari Desa Nian, Kecamatan Miomafo Tengah, Kabupaten Timor Tengah Utara. Selanjutnya limbah batu akik dipecah menjadi bongkahan-bongkahan kecil secara manual menggunakan palu. Lalu, bongkahan tersebut dicuci untuk menghilangkan

pengotor yang melekat. Kemudian dihaluskan dengan alu dan mortar. Selanjutnya dilakukan pengayakan dengan pengayak ukuran 200 *mesh*.

Analisis Komposisi Kimia Serbuk Limbah Batu Akik

Sampel serbuk limbah batu akik ukuran 200 *mesh* seberat 1 gram diletakkan ke dalam kaca preparat untuk sampel/*sample holder*, kemudian analisis komposisi kimia sampel dengan menggunakan XRF.

Sintesis Natrium Silikat

Seberat 250 gram serbuk limbah batu akik direndam dengan HCl 4 M sejumlah 500 mL selama 3 jam. Selanjutnya campuran disaring, lalu diambil endapannya. Kemudian endapan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Setelah itu endapan dikeringkan dengan oven pada suhu 110 ^oC hingga kering. Endapan yang telah kering, kemudian dicampurkan dengan 500 mL NaOH 4 M sambil dipanas pada suhu 100 ^oC dengan menggunakan *hotplate*. Campuran kemudian disaring dengan kertas saring *Whatmaen* 42 dan diambil filtratnya merupakan larutan natrium silikat (Nyoman et al., 2015).

Sintesis Nanosilika Gel

Sejumlah 50 mL natrium silikat dicampurkan dengan pelarut metanol. Variasi rasio volume natrium silikat: pelarut metanol (1:3, v/v) sambil diaduk dan ditambahkan larutan NH_3 25% hingga pH 12. Larutan diaduk kembali selama 2 jam dan gel yang diperoleh disentrifugasi dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit. Gel nanosilika dikering di dalam oven pada suhu 110 ^oC selama 2 jam. Sampel nanosilika yang diperoleh kemudian dilarutkan ke dalam larutan HCl 1 M dan diaduk dengan batang pengaduk selama 15 menit dan saring. Kemudian endapan nanosilika dikeringkan kembali di dalam oven pada suhu 110 ^oC selama 2 jam. Langkah tersebut diatas diulangi untuk pelarut etanol.

Karakterisasi Nanosilika gel

Nanosilika gel hasil sintesis dikarakterisasi dengan FT-IR, XRD, dan SEM-EDX. Karakterisasi dengan FT-IR dianalisis dalam rentang bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1}. Karakterisasi menggunakan Shimazdu XRD dengan radiasi pada 40 kV dan 30 mA, target Cu-Kα (λ=1,5406Å), dengan jangkauan sudut 2Θ dari 10^o hingga 80^o menggunakan step 0,02^o dengan tujuan untuk menentukan indeks *Miller* dan parameter kisi. Karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan komposisi nanosilika gel. Analisis luas permukaan nanopartikel silika dengan menggunakan BET-SAA dan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan volume pori.

HASIL DAN DISKUSI

Kompisisi Kimia Serbuk limbah Batu Akik

Hasil analisis sampel serbuk limbah batu akik menggunakan metode Hasil analisis komposisi kimia dengan XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung dalam sampel limbah batu akik asal desa Nian kecamatan Kecamatan Miomafo Tengah, Kabupaten Timor Tengah Utara disajikan **Tabel 1** berikut ini:

Tabel 1. Komposisi kimia serbuk limbah batu akik dengan XRF

Unsur	Jumlah (% berat)	Unsur	Jumlah (% berat)
Si	78,4	Mn	0,13
K	0,69	Fe	2,11
Ca	17,8	Ni	0,03
Ti	0,12	Cu	0,087
Cr	0,053	Ba	0,52

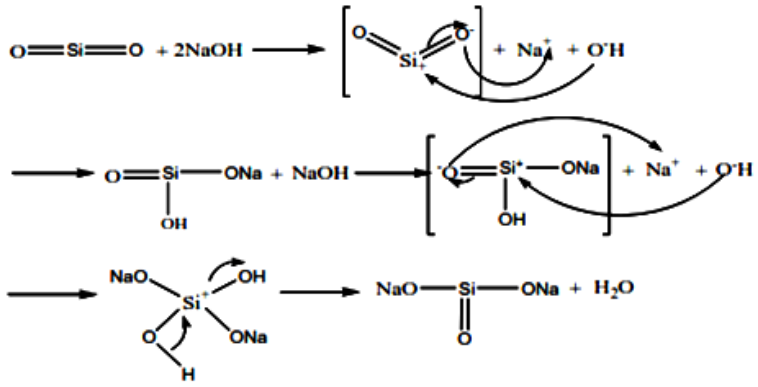
Dari **Tabel 1** dapat dilihat bahwa serbuk limbah batu akik memiliki kandungan unsur silikon sebesar 78,4%; kalsium 17,8%; besi 2,11%; dan unsur-unsur lain. Kandungan silikon sangat dominan sehingga serbuk limbah batu akik dapat dijadikan sebagai sumber silika untuk sintesis silika gel.

Sintesis Natrium Silikat dari Serbuk Limbah Batu Akik

Sintesis natrium silikat dari limbah batu akik dengan metode sol gel dengan reaksi proses pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) seperti pada reaksi berikut:

$$SiO_{2(s)} + 2NaOH_{(aq)} \rightarrow Na_2SiO_{3(s)} + H_2O_{(l)}$$

Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) digambarkan oleh (Maylina et al., 2018) sebagai berikut:

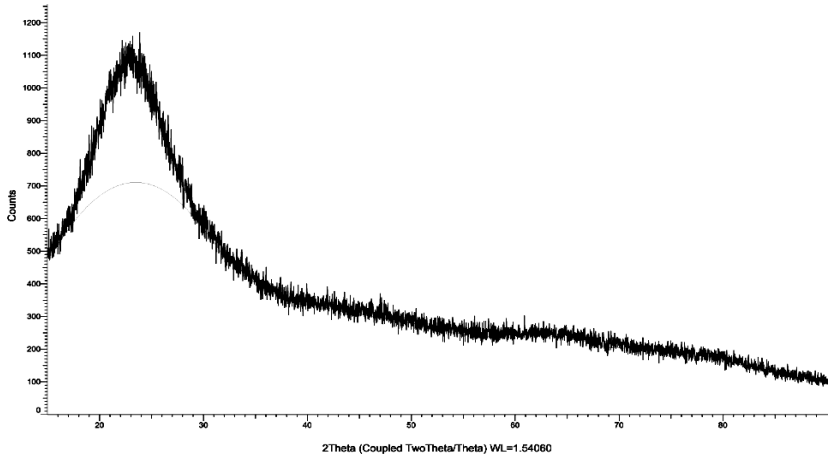


Gambar 1. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3)

Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) yakni diawali dengan penyerahan OH^- kepada atom Si yang bermuatan parsial positif dan terbentuk intermediet SiO_2OH^- yang tidak stabil. Selanjutnya intermediet mengalami dehidrogenasi membentuk SiO_3^{2-}, ion hidrogen yang dilepaskan berikatan dengan ion hidroksil membentuk air. SiO_3^{2-} yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan dua buah ion Na^+ yang berasal dari NaOH yang ekuivalen membentuk natrium silikat (Nyoman et al., 2015).

Hasil Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) Nanosilika Gel Sintesis Menggunakan Pelarut Metanol

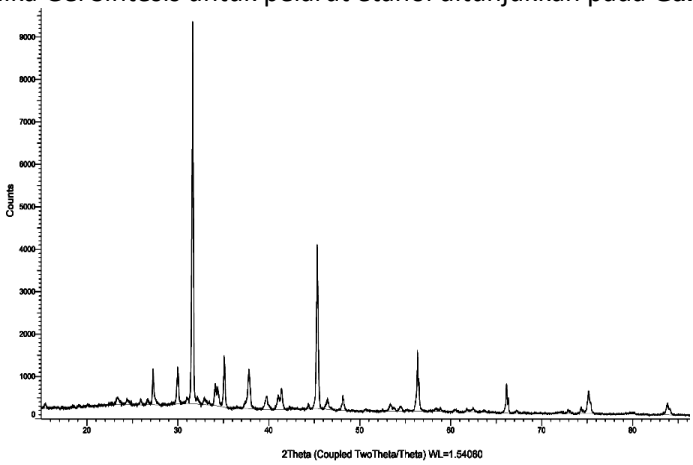
Hasil analisis XRD Nanosilika Gel Sintesis untuk pelarut metanol ditunjukkan pada **Gambar 2** berikut:



Gambar 2. Pola difraksi dari nanosilika menggunakan pelarut metanol

Berdasarkan **Gambar 2** pola difraksi dari nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dengan nilai puncak 2θ yang muncul dibandingkan dengan data PDF-ICSD 01-078-2315 (Will et al., 1988) diperoleh puncak-puncak 2θ yang karakteristik untuk silika gel dengan puncak 2θ = 21,019° dengan intensitas relatif adalah 100%. Hal ini dijelaskan oleh (Susanti et al., 2017) bahwa Fasa SiO_2 ditemukan pada daerah 2θ= 20–27° dan puncak tajam pada 2θ = 21,64° yang menunjukkan bahwa silika gel kering mengandung senyawa SiO_2 berfasa *amorf*.

Hasil analisis XRD Nanosilika Gel Sintesis untuk pelarut etanol ditunjukkan pada **Gambar 3** berikut.

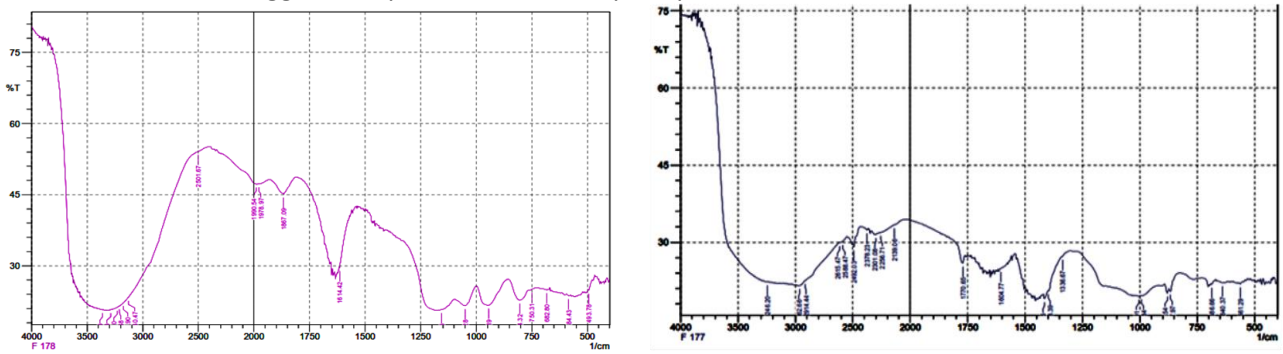


Gambar 3. Pola difraksi dari nanosilika menggunakan pelarut etanol

Gambar 3 pola difraksi nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut etanol dengan nilai puncak 2θ yang muncul dibandingkan dengan data PDF-ICSD 01-078-2315 (Will et al., 1988) diperoleh puncak-puncak 2θ yang karakteristik untuk silika gel (SiO_2) pada sudut 2θ sebesar 20,096°; 26,690°; 39.776°; 41,034° dan 42,287°. Silika gel sintesis dengan masih mengandung pengotor. Hal ini dijelaskan oleh (Silvia & Zainuri, 2020) bahwa silika kuarsa dengan *back-ground amhorpous,* karakteristik pelebaran puncak difraksi pada 2θ =26°. Hal ini dapat dijelaskan bahwa silika gel yang disintesis dari limbah batu dengan menggunakan pelarut metanol dan etanol memiliki struktur *amorf*.

Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Karakteristik spektroskopi inframerah digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat pada silika gel. Setiap gugus fungsi mempunyai serapan inframerah yang karakteristik pada bilangan gelombang tertentu sehingga secara kualitatif dapat diidentifikasi. Spektrum inframerah untuk silika hasil sintesis menggunakan pelarut metanol seperti pada **Gambar 4** berikut ini.



(a) pelarut metanol (b) pelarut etanol

Gambar 4. Spektrum FTIR silika gel hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol

Berdasarkan **Gambar 4** diperoleh data puncak-puncak spektrum inframerah silika gel hasil sintesis dari limbah batu akik menggunakan pelarut metanol. Pada pita serapan yang diperoleh pada bilangan gelombang 3361,93 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus –OH yang melebar yang berasal dari gugus Si-OH. Adanya gugus –OH tersebut juga ditunjukkan pada vibrasi tekuk –OH dari gugus Si-OH dengan pita serapan pada bilangan gelombang 1614,42 cm^{-1}. Pita serapan pada bilangan gelombang 1155,36 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur Si-O dari gugus Si-O-Si (siloksan). Hal ini juga dipertegas bahwa adanya gugus Si-O dari gugus siloksan ditunjukkan dengan adanya vibrasi tekuk Si-O asimetris pada gugus siloksan pada bilangan gelombang 1049,28 cm^{-1} dan vibrasi ulur simetris Si-O dari gugus siloksan pada bilangan gelombang 804,32 cm^{-1}. Pita serapan pada bilangan gelombang 943,19 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk Si-O pada silanol dan bilangan gelombang 682,8 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk Si-O-Si.

Dari **Gambar 4** spektrum inframerah silika gel hasil sintesis menggunakan pelarut etanol diperoleh pita serapan -OH yang melebar dari gugus silanol pada bilangan gelombang 3246,2 cm^{-1}. Hal ini juga dipertegas bahwa adanya -OH dari gugus silanol ditunjukkan dengan adanya vibrasi tekuk –OH dari gugus silanol pada bilangan gelombang 1604,77 cm^{-1}. Selanjutnya adanya Si-O pada gugus siloksan ditunjukkan

pada pita serapan pada bilangan gelombang 1004,91cm^{-1} yang merupakan vibrasi tekuk Si-O asimetris pada gugus siloksan. Adanya Si-O pada gugus siloksan juga dipertegas pada pita serapan bilangan gelombang 867,97 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur simetris Si-O dari gugus siloksan dan vibrasi tekuk siloksan pada bilangan gelombang 686,66 cm^{-1}. Dan pita serapan pada bilangan gelombang 993,34 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk Si-O pada silanol.

Hasil analisis spektrofotometer inframerah silika gel hasil sintesis dari limbah batu akik menggunakan pelarut metanol dan ditunjukkan pada **Tabel 2** berikut ini.

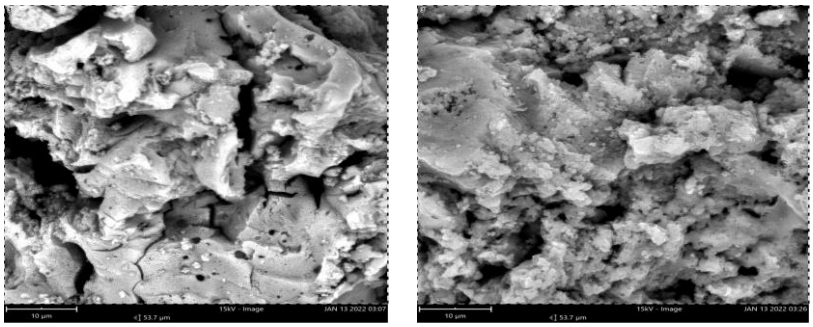
Tabel 2. Data bilangan gelombang pita serapan FTIR silika gel hasil sintesis dari limbah batu akik menggunakan pelarut metanol dan etanol

Bilangan gelombang cm^{-1}			
Silika gel hasil sintesis		**Referensi**	**Interpretasi**
Metanol	**Etanol**		
3361,93	3246,2	3200-3700 [(1)]; 3448,5 [(2)]	Vibrasi ulur –OH dari gugus silanol
1614,42	1604,77	1635, 5 [(2)]	Vibrasi tekuk –OH dari gugus silanol
1049,28	1004,91	1130-1000 [(1)]; 1099,3 [(2)]	Vibrasi tekuk Si-O asimetris pada gugus siloksan
943,19	993,34	952,8 [(2)]	Vibrasi ulur Si-O pada silanol
804,32	867,97	802,39 [(3)]	Vibrasi ulur simetris Si-O dari gugus siloksan
682,8	686,66	682, 8 [(4)]	Vibrasi tekuk Si-O-Si

Sumber : (Setiabudi et al., 2012)[(1)]; (Mujiyanti et al., 2010)[(2)]; (Em Wogo et al., 2011)[(3)]; (Triviana et al., 2015)[(4)]

Morfologi dan Komposisi Unsur Nanosilika Gel Sintesis Menggunakan Pelarut Metanol dan Etanol

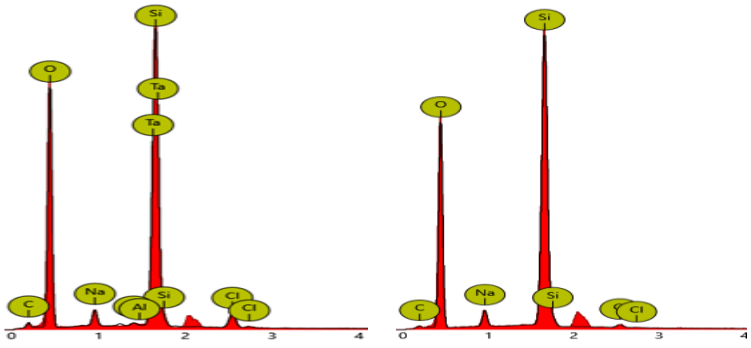
Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur dalam material hasil sintesis. Morfologi partikel nanosilika gel hasil sintesis dari limbah batu akik menggunakan pelarut metanol dan etanol ditunjukkan pada **Gambar 5** adalah sebagai berikut.



(a) (b)

Gambar 5. Hasil karakterisasi SEM nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut (a) metanol dan (b) etanol pada perbesaran 5000x.

Berdasarkan **Gambar 5** ukuran partikel nanosilika gel sintesis dari limbah batu akik menggunakan pelarut metanol partikel yang terbentuk cukup bervariasi dengan bentuk partikel yang tidak homogen dan membentuk gumpalan (aglomerasi). Komposisi unsur hasil analisis EDX nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol didapatkan spektrum EDX yang ditunjukkan pada **Gambar 6**.



(a) (b)

Gambar 6. Spektrum EDX nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut: (a) metanol dan (b) etanol

Dari **Gambar 6** menunjukkan banyaknya jumlah unsur yang terkandung dalam nanosilika gel dengan prosentase unsur yang paling dominan adalah oksigen dan diikuti oleh unsur silikon. Adapun pengotor lain seperti unsur C, Na, Cl dan Al memiliki kandungan unsur dengan presentase sedikit. Komposisi unsur hasil analisis EDX nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Tabel 3. Komposisi unsur hasil Analisis EDX nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol

Pelarut metanol			**Pelarut etanol**		
No. Atom	Simbol unsur	% Unsur	No. Atom	Simbol unsur	% Unsur
8	O	65.02	8	O	64.12
14	Si	22.15	14	Si	27.16
6	C	9.16	6	C	5.69
17	Cl	1.40	11	Na	2.32
11	Na	2.00	17	Cl	0.71
13	Al	0.27			

Karakterisasi Nanosilika Gel dengan N_2 Adsorpsi-Desorpsi

Karakterisasi dengan N_2 Adsorpsi-desorpsi pada material nanosilika sintesis dilakukan dengan menggunakan metode *Brunauer Emmett-Teller* (BET) *surface area analyzer* (SAA) untuk mengetahui luas permukaan sedangkan metode Barrett-Joyner-Halenda digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan volume pori. Hasil karakterisasi nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol ditunjukkan pada **Tabel 4.**

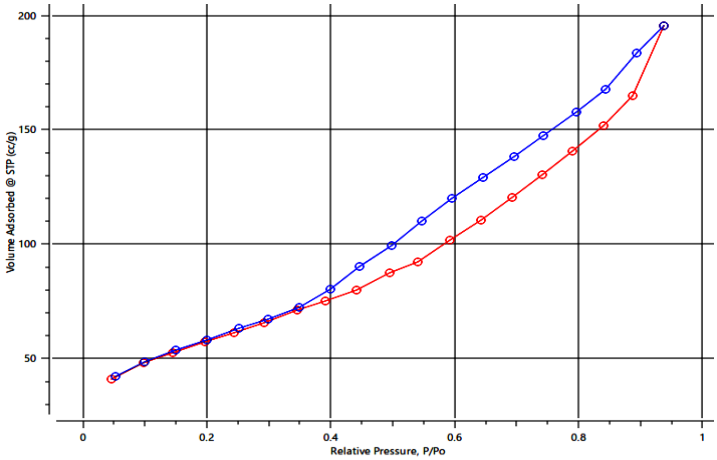
Tabel 4. Data hasil analisis BET silika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol

No	**Karakteristik**	**Pelarut**	
		Metanol	**Etanol**
1	Luas permukaan BET (m^2/g)	207,559	1,664
2	Volume total pori (cc/g)	0,303	0,0099
3	Rerata diameter pori (nm)	2,921	11,8434

Berdasarkan **Tabel 4** menunjukkan bahwa partikel nanosilika hasil sintesis menggunakan pelarut metanol memiliki luas permukaan adalah 207,559 m^2/g, volume total pori adalah 0,303 cc/g dan rata-rata diameter pori adalah 2,921 nm. Sedangkan hasil karakterisasi nanosilika sintesis menggunakan pelarut etanol dengan luas permukaan adalah 1,664 m^2/g, volume total pori adalah 0,0099 cc/g dan rata-rata diameter pori adalah 11,843 nm. Hal ini dapat dijelaskan bahwa pelarut semakin polar semakin banyak jumlah pori yang terbentuk sehingga semakin besar luas permukaan partikel, volume pori semakin besar dan diameter pori semakin kecil. Sebaliknya, kepolaran pelarut semakin berkurang semakin kecil luas permukaan dan semakin kecil volume pori dan semakin besar diameter pori. Hal tersebut dijelaskan bahwa dari data tabel 4 terlihat bahwa luas permukaan dipengaruhi oleh volume pori dan diameter pori.

Dari **Tabel 4** dapat dijelaskan bahwa nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol memiliki rata-rata diameter pori pada daerah mesopori (>2 nm). Hal ini juga dijelaskan oleh (Rouquerol et al., 1994) bahwa nanopartikel dengan nilai diameter pori 2-50 nm dikategorikan partikel berukuran mesopori. Hasil analisis BET menunjukkan bahwa struktur pori nanopartikel silaka dipengaruhi kepolaran pelarut. Hal ini dijelaskan bahwa semakin polar pelarut yang digunakan, semakin kecil ukuran partikel silika yang diperoleh. Hal tersebut disebabkan oleh polaritas pelarut metanol dapat menyebabkan proses hidrolis semakin mudah karena ikatan hidrogen dengan prekursor dengan pelarut metanol semakin mudah terjadi. Hal ini dapat jelaskan bahwa pelarut metanol lebih menstabilkan gugus sinalol sehingga semakin banyak inti yang stabil dalam reaksi kondensasi dan ukuran partikel yang terbentuk semakin kecil. Sebaliknya etanol kurang polar sehingga proses hidrolisis semakin berkurang sehingga ukuran partikel yang dihasilkan semakin besar.

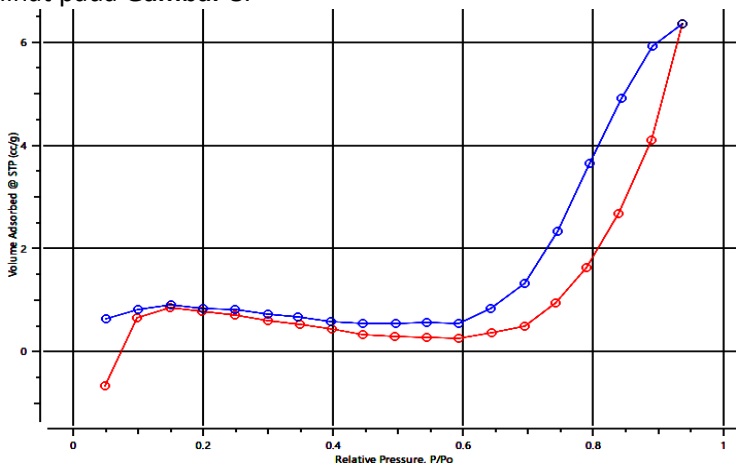
Kurva grafik adsorpsi-desorpsi isoterm dengan metode BJH nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol dapat dilihat pada **Gambar 7**.



Gambar 7. Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut metanol

Berdasarkan **Gambar 7** dapat dilihat bahwa kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol menurut IUPAC adalah tipe IV. Hal ini dijelaskan bahwa isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 diikuti dengan kondensasi kapiler pada tekanan relatif p/p^o antara 0,05-0,3 atm, ini menunjukkan bahwa nanosilika yang dihasilkan berukuran mesopori. Pada grafik isoterm tersebut terjadi histerisis pada tekanan relatif p/p^o mendekati 1. Histerisis yang terjadi pada kurva adsorpsi dan desorpsi N_2 adalah histerisis dengan *loop* yang terbentuk sesuai tipe H-1, dimana histerisis vertikal cenderung sejajar dan relatif sempit. Hal ini menunjukkan bahwa bentuk pori adalah silinder dan ukuran pori yang relatif seragam (Thommes et al., 2015).

Kurva grafik adsorpsi-desorpsi isoterm dengan metode BJH nanosilika gel sintesis menggunakan pelarut etanol dapat dilihat pada **Gambar 8**.



Gambar 8. Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 nanosilika sintesis menggunakan pelarut etanol

Dari **Gambar 8** dapat dilihat bahwa kurva isoterm adsorpsi desorpsi N_2 nanosilika sintesis menggunakan pelarut etanol menurut IUPAC adalah tipe IV, ini menunjukkan bahwa nanosilika yang dihasilkan berukuran mesopori. Sedangkan histerisis yang terbentuk memiliki *loop* sesuai tipe H-1, ini menunjukkan bahwa nanolisika sintesis adalah nanosilika berukuran mesopori dengan bentuk pori selinder dan ukuran pori yang relatif seragam dan sempit (Thommes et al., 2015). Dari data **Tabel 4** dapat dijelaskan bahwa polaritas pelarut dapat berpengaruh pada luas permukaan, volume pori dan diameter pori partikel silaka hasil sintesis dari limbah batu akik. Berdasarkan **Gambar 7 dan 8** kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N_2 silika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol menggambarkan bahwa silika gel yang dihasilkan adalah nanopartikel berukuran mezopori.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis nanopartikel silika menggunakan pelarut metanol dan etanol dapat berpengaruh terhadap struktur partikel yakni semakin polar pelarut yang digunakan, semakin banyak jumlah pori yang terbentuk sehingga semakin besar luas permukaan partikel, volume pori semakin besar dan diameter pori semakin kecil. Sebaliknya, kepolaran pelarut semakin berkurang semakin kecil luas permukaan dan semakin kecil volume pori dan semakin besar

diameter pori. Analisis XRD nanosilika hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol mengandung senyawa SiO_2 dalam bentuk amorf. Hasil analisis FTIR silika gel hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan. Morfologi nanosilika hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol bervariasi dengan bentuk partikel yang tidak homogen dan membentuk gumpalan (aglomerasi). Analisis EDX nanosilika sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol mengandung unsur Si dan O. Nanosilika hasil sintesis menggunakan pelarut metanol dan etanol dihasilkan nanosilika berukuran mesopori dengan diameter pori adalah 2,921 dan 11,8434 nm.

DAFTAR PUSTAKA

Andreas, A., Kristianto, H., & Kurniawan, D. F. (2016). Sintesis Nanosilika dari Sekam Padi Menggunakan Metode Sol Gel dengan Pelarut Etanol. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan,"* 1–7. https://www.semanticscholar.org/paper/Sintesis-Nanosilika-dari-Sekam-Padi-Menggunakan-Sol-Andreas-Kristianto/a167e625b57f4dc444b53e4c9fd80b59caccad50

Budiharti, G., & Supardi, Z. A. I. (2015). Sintesis Nanopartikel Silika Menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, *4*(3), 22–25.

Chaidir, D. A., Kristianto, H., & Andreas, A. (2016). Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Synthesis of Nanosilica Originated from Fly Ash using Sol-Gel Method with Methanol as Solvent. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan*, 151–156. chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://repository.ubaya.ac.id/32728/1/prosiding semnas Undip Jogja%2C Natalia S.pdf

Em Wogo, H., Ofi Segu, J., & Pius, D. O. (2011). Sintesis Silika Gel Terimobilisasi Dithizon Melalui Proses Sol-Gel. In *Sains dan Terapan Kimia* (Vol. 5, Issue 1). https://doi.org/10.20527/jstk.v5i1.2092

Fadhlulloh, M. A., Rahman, T., Bayu, A., Nandiyanto, D., & Mudzakir, A. (2014). Review Tentang Sintesis Sio2 Nanopartikel. In *Jurnal Integrasi Proses* (Vol. 5, Issue 1). http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/jip

Handayani, P. A., Nurjanah, E., & Rengga, W. D. P. (2014). Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Menjadi Silika Gel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, *3*(2). https://doi.org/10.15294/jbat.v3i2.3698

Hayati, R., & Astuti. (2015). Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, *4*(3), 282–287.

Maylina, A. chandra, Dirgarini Julia Nurlianti Subagyono, R., & Daniel. (2018). Sintesis Silika Mesopori Tersulfonasi Dari Abu Sekam Padi (Oryza sativa L.). *Jurnal Atomik*, *03*(2), 73–78. https://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/JA/article/view/526

Mujiyanti, D. R., Nuryono, & Eko Sri Kunarti. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Silika Gel Dari Abu Sekam Padi Yang Diimobilisasi Dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains Dan Terapan Kimia, 4*(2), 150–167. https://doi.org/10.20527/jstk.v4i2.2059

Nizar, A., & Mursal, I. (2016). Identifikasi Mineral Batu Mulia Bio-Solar dari Aceh. *JJournal of Aceh Physics Society (JAcPS)*, *5*(2), 22–26. http://www.jurnal.unsyiah.ac.id/JAcPS

Nyoman, N., Nopianingsih, S., Sudiarta, W., Wahyu, D., & Sulihingtyas, D. (2015). Sintesis Silika Gel Terimobilisasi Difenilkarbazon Dari Abu Sekam Padi Melalui Teknik Sol Gel. In *JURNAL KIMIA* (Vol. 9, Issue 2). https://doi.org/10.24843/JCHEM.2015.v09.i02.p13

Ridwan, A., & Sri Wahyuni, dan. (2015). Pengaruh Pelarut Terhadap Karakteristik Nano Tio 2-Sio 2 Sebagai Penambah Self-Cleaning Cat Akrilik. *Indonesian Journal of Chemical Science* , *4*(2), 106–110. http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs

Rouquerol, J., Avnir, D., Fairbridge, C. W., Everett, D. H., Haynes, J. H., Pernicone, N., Ramsay, J. D. F., Sing,

K. S. W., & Unger, K. K. (1994). Recommendations For The Characterization Of Porous Solids. *Pure & Appl. Chern*, *66*(8), 1739–1758. https://doi.org/10.1016/S0022-460X(03)00515-7

Setiabudi, A., Hardian, R., Mudzakir, A., Material, K., Prinsip, ;, Aplikasinya, D., Kimia, P., & Muzakir, A. (2012). *Karakterisasi Material; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. https://123dok.com/document/q26v2lpz-karakterisasi-material-prinsip-dan-aplikasinya-dalam-penelitian-kimia.html#google_vignette

Silvia, L., & Zainuri, M. (2020). Analisis Silika (SiO_2) Hasil Kopresipitasi Berbasis Bahan Alam menggunakan Uji XRF dan XRD. *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya*, *16*(1), 12. https://doi.org/10.12962/j24604682.v16i1.5322

Sulastri, S. (2009). *Modifikasi Silika Gel Dalam Kaitannya Dengan Peningkatan Manfaat* (pp. 16–2009). chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://core.ac.uk/download/pdf/33510169.pdf

Susanti, N Widiarti, & AT Prasetya. (2017). Sintesis Silika Gel Teraktivasi dari Pasir Kuarsa untuk Menurunkan Kadar ION Cu2+ dalam Air. *Jurnal MIPA*, *40*(1), 39–42. http://journal.unnes.ac.id/nju/index.php/JM

Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., & Sing, K. S. W. (2015). Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, *87*(9–10), 1051–1069. https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117

Triviana, L., Sugiati, S., & Rohaeti, E. (2015). Sintesis Dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) Dari Sekam Padi. *Jurnal Sains Dan Teknologi Lingkungan*, *7*(juni 2015), 66–75. https://www.neliti.com/publications/128513/sintesis-dan-karakterisasi-natrium-silikat-na2sio3-dari-sekam-padi

Will, G., Bellotto, M., Parrish, W., & Hart, M. (1988). Crystal structures of quartz and magnesium germanate by profile analysis of synchrotron-radiation high-resolution powder data. *Journal of Applied Crystallography*, *21*(2), 182–191. https://doi.org/10.1107/S0021889887011567