

**PENGARUH KONSENTRASI LARUTAN NaOH TERHADAP
KARAKTERISTIK SILIKA HASIL EKSTRAKSI DARI BATU PADAS
ASAL KALIMANTAN BARAT**



Nurlina¹, Risya Sasri¹, Lia Destiarti¹, Intan Syahbanu¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura, Pontianak

Email korespondensi : nurlina@chemistry.untan.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan ekstraksi dan karakterisasi silika hasil ekstraksi dari batu padas asal Kalimantan Barat dengan melakukan variasi konsentrasi NaOH yang digunakan. Batu padas direaksikan dengan NaOH dengan variasi konsentrasi 3, 5 dan 7 M membentuk larutan natrium silikat. Larutan ini kemudian ditambahkan larutan HCl sehingga membentuk endapan silika. Perolehan silika hasil ekstraksi dengan konsentrasi NaOH 3 M, 5 M dan 7 M berturut-turut sebanyak 1,422 g (1,422%); 2,863 g (2,863%); dan 3,939 g (3,939%). Semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan, semakin banyak pula silika yang diperoleh. Karakterisasi silika hasil ekstraksi dilakukan menggunakan difraktogram sinar-X. Hasil difraktogram sinar-X menunjukkan puncak dengan intensitas maksimum pada 2θ pada rentang $26,34^{\circ}$ - $26,54^{\circ}$ yang mengindikasikan kandungan silika. Intensitas puncak 2θ pada rentang $26,34^{\circ}$ - $26,54^{\circ}$ dengan konsentrasi 3 M, 5 M dan 7 M berturut-turut mengalami penurunan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan, maka intensitas puncak silika semakin menurun. Penurunan intensitas memperlihatkan adanya pola amorf.

Kata kunci: silika, batu padas, ekstraksi

PENDAHULUAN

Silika (SiO_2) merupakan salah satu jenis material berpori yang dapat digunakan secara luas dalam proses adsorpsi, katalisis, pembuatan membran, pembuatan komposit baik dengan material anorganik lain seperti TiO_2 (Hendrix *et al.*, 2015) maupun dengan material organik seperti polisakarida (Demilecamps, 2016), dan elektrokimia. Penggunaan silika mencakup berbagai bidang, antara lain lingkungan, energi, dan pengembangan teknologi elektronik.

Silika yang digunakan untuk berbagai kegunaan tersebut dapat berasal dari prekursor silika seperti tetraetilortosilikat (TEOS). Beberapa sumber daya alam dapat menjadi sumber silika dengan terlebih dahulu mengekstraksi kandungan silikanya. Pasir kuarsa, pecahan kaca, lumpur, *bio waste* seperti tanaman *Cymbopogon citratus* (lemon grass) (Firdaus, *et al.*, 2016) dan sekam padi (Selvakumar *et al.*, 2014; Todkar, *et al.*, 2016) dan batu-batuan seperti perlite (Srivastava, *et al.*, 2013) merupakan contoh bahan yang telah berhasil diekstraksi silikanya. Belum banyak publikasi mengenai ekstraksi silika dari sumber batu padas.

Batu padas merupakan material yang keberadaannya cukup melimpah di alam. Beberapa daerah di Kalimantan Barat kaya akan material batu

padas, diantaranya terletak di Kabupaten Ketapang. Kandungan kimia utama dari batu padas adalah silika, yaitu sebesar 70-95%, sisanya adalah oksida logam lainnya. Berdasarkan jumlah kandungan silika tersebut, batu padas berpotensi dalam pengembangan sumber produksi silika.

Secara umum, metode untuk mendapatkan silika dalam suatu *raw material* adalah dengan cara ekstraksi kemudian dilanjutkan dengan pemurnian. Ekstraksi silika dilakukan dengan menggunakan pelarut yang bersifat basa. Pelarut yang sering digunakan untuk ekstraksi silika yaitu natrium hidroksida (NaOH).

Ekstraksi silika dipengaruhi oleh banyak faktor. Menurut Srivastava, dkk. (2013), persentase silika hasil ekstraksi yang diperoleh dipengaruhi oleh konsentrasi larutan NaOH sebagai pengekstrak dan kandungan SiO_2 *raw material*, variasi waktu reaksi dan temperatur reaksi.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini bertujuan untuk mengekstraksi silika dari batu padas asal Kalimantan Barat dengan memvariasikan konsentrasi NaOH sebagai larutan pengekstrak, selanjutnya melakukan karakterisasi terhadap silika yang diperoleh. Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah

memberikan informasi ilmiah tentang proses dan hasil ekstraksi silika dari batu padas.

METODOLOGI

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: seperangkat alat-alat gelas, tanur, desikator, kertas saring, mortar, alat gelas, neraca analitik (Mettler AE 160), pengaduk magnetik (Perkin Elmer 3110), pH-meter tipe KX 701 Lutron, *x-ray diffractometer* (XRD Shimadzu XD-3H), SEM EVO MA 10 Carl Zeiss.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain: batu padas yang diperoleh dari Desa Sukaharja, Kecamatan Singkup Kalimantan Barat, natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), dan aquades.

Proses ekstraksi batu padas merujuk pada penelitian Adziimaa, dkk. (2012), Lukman, dkk. (2013) dan Srivastava, dkk. (2013). Konsentrasi NaOH yang digunakan adalah 3 M, 5 M dan 7 M. Karakteristik silika yang diperoleh akan dijelaskan berdasarkan hasil difraktogram XRD dan SEM.

Batu padas dihancurkan kemudian direndam pada larutan HCl 2 M selama 12 jam kemudian dicuci menggunakan aquades dan dikeringkan pada suhu 100-110 °C sampai kering. Batu padas kemudian dihaluskan menggunakan mortar lalu diayak menggunakan ayakan 150 *mesh* dan dikarakterisasi kadar silika awalnya menggunakan spektrofotometri XRF.

Sebanyak 100 gram serbuk batu padas direaksikan dalam larutan 100 mL NaOH dengan variasi konsentrasi larutan NaOH 3; 5; 7 M. Sampel kemudian dipanaskan hingga mendidih pada labu tertutup, disertai pengadukan dengan kecepatan 150 rpm menggunakan *magnetic stirrer*. Waktu reaksi divariasikan 2 jam. Setelah itu larutan yang terbentuk disaring dengan kertas saring, menghasilkan filtrat dan residu.

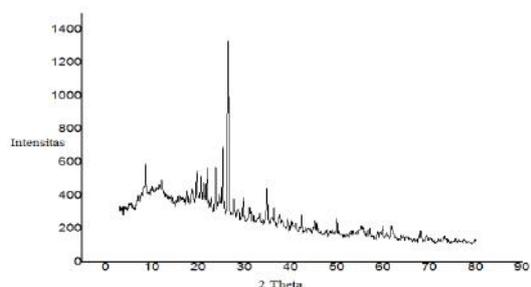
Filtrat yang diperoleh dipisahkan. Residu ditetesi 20 ml aquades mendidih. Filtrat dan tetesan aquades dari residu dibiarkan hingga suhunya sama dengan suhu kamar. Filtrat dan tetesan aquades dari residu kemudian ditambahkan larutan HCl 1 M secara bertahap hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7). Setelah itu endapan dipisahkan dan dicuci dengan aquades panas menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh dari perlakuan ini selanjutnya

dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C untuk menghilangkan kandungan air.

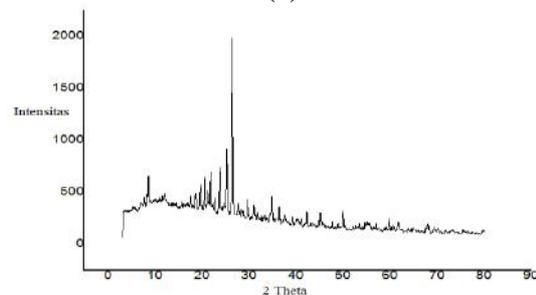
HASIL DAN PEMBAHASAN

Batu padas yang telah dihancurkan direndam dalam larutan HCl. Proses ini merupakan tahapan awal (*pre treatment*) dalam ekstraksi silika. Perendaman dengan HCl bertujuan untuk aktivasi batu padas dan melarutkan mineral-mineral yang terdapat pada batu padas.

Hasil difraktogram sinar X batu padas menunjukkan adanya puncak 2θ pada rentang $26,34^{\circ}$ - $26,54^{\circ}$ (Gambar 1). Berdasarkan standar *X-Ray Diffraction Powder Pattern*, silika (SiO_2) teridentifikasi pada $2\theta = 26,65$ dengan indeks hkl 101 (Morris, *et al.*, 1981). Dengan demikian puncak yang diperoleh pada rentang $26,34$ - $26,54$ merupakan puncak yang menunjukkan karakter silika.



(a)



(b)

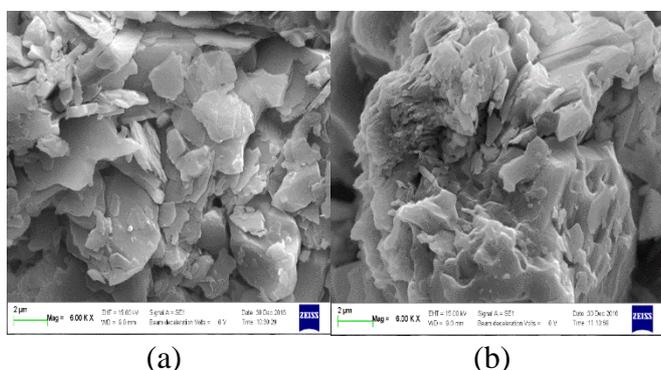
Sumber: Nurlina, dkk., 2017

Gambar 1: Difraktogram sinar-X silika dari batu padas tanpa aktivasi (a) dan batu padas teraktivasi HCl (b)

Perolehan silika dari batu padas yang diaktivasi dengan HCl menghasilkan kristalinitas silika yang lebih baik dibandingkan silika dari batu padas tanpa aktivasi. Intensitas puncak 2θ pada rentang $26,34^{\circ}$ - $26,54^{\circ}$ yang ditunjukkan oleh batu padas teraktivasi HCl lebih tinggi dibandingkan batu padas tanpa aktivasi.

Karakterisasi silika dari batu padas juga dilakukan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dengan membandingkan gambar morfologi silika dari batu padas teraktivasi HCl dan silika dari batu padas tanpa aktivasi, seperti pada Gambar 2. Berdasarkan analisis SEM, karakteristik silika dari batu padas tanpa aktivasi memiliki bentuk pipih yang tidak seragam dengan struktur yang meruah pada kisaran 0,5-2 μm .

Morfologi yang berbeda ditunjukkan pada silika dari batu padas yang teraktivasi HCl, dimana struktur material berupa ruah dan beragregat. Perbedaan morfologi tersebut menjelaskan bahwa pengaruh aktivasi menyebabkan struktur silika hasil ekstraksi mengalami penataan ulang pada permukaan material sehingga membentuk agregat.



(a)

(b)

Sumber: Nurlina, dkk., 2017

Gambar 2: Mikrograf SEM silika batu padas (a) dan batu padas teraktivasi HCl (b)

Batu padas yang telah diaktivasi dengan HCl dilanjutkan ke tahapan berikutnya yaitu pembentukan senyawa natrium silikat. Batu padas yang diperoleh kemudian direfluks dengan larutan NaOH. Konsentrasi larutan NaOH yang digunakan divariasikan mulai dari 3 M, 5 M hingga 7 M.

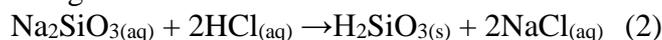
Reaksi antara silika dan larutan NaOH akan menghasilkan endapan natrium silikat. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Tahapan reaksi ini dibantu dengan pemanasan. Pemanasan bertujuan meningkatkan terjadinya tumbukan antar molekul di dalam larutan sehingga dapat mempercepat proses pelarutan. Tahapan reaksi juga dibantu dengan pengadukan. Secara umum pengadukan bertujuan untuk mendistribusikan suhu agar merata dan mempercepat kontak antara pelarut dan zat terlarut.

Pengadukan juga bertujuan untuk mengurangi pengendapan.

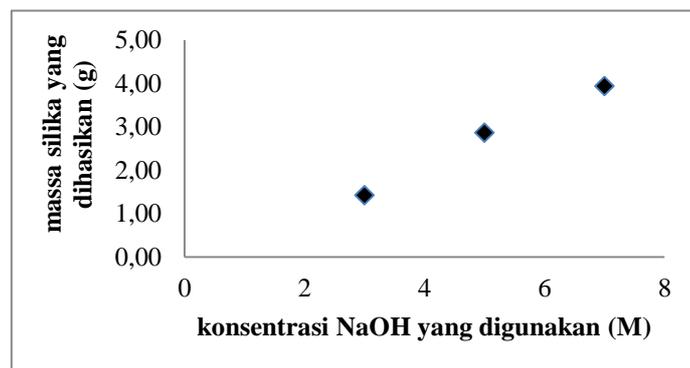
Hasil ekstraksi silika dari batu padas dilakukan menggunakan larutan NaOH 3 M, 5 M dan 7 M, berturut-turut menghasilkan filtrat natrium silikat sebanyak 30 mL, 152 mL, dan 160 mL. Filtrat yang diperoleh berwarna putih kekuningan. Penambahan HCl ke dalam larutan natrium silikat menyebabkan terjadinya pertukaran ion Na^+ dengan H^+ . Proses ini menghasilkan suatu padatan berbentuk gel yang akhirnya memisahkan partikel dari silika yang terikat dengan molekul air yaitu silika hidrosol atau asam silikat (H_2SiO_3). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Endapan yang dihasilkan kemudian disaring, dikeringkan dalam oven, selanjutnya dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam. Pemanasan endapan dalam oven pada suhu 110°C mengakibatkan dehidrasi silika hidrosol sehingga terbentuk silika gel (SiO_2) yang kemudian dihaluskan untuk mendapatkan bubuk silika. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Hasil perolehan endapan silika yang telah dikeringkan dari proses ekstraksi dengan konsentrasi NaOH 3 M, 5 M dan 7 M berturut-turut sebanyak sebanyak 1,422 g (1,422%); 2,863 g (2,863%); dan 3,939 g (3,939%). Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi NaOH yang dihasilkan, semakin banyak pula silika yang diperoleh.



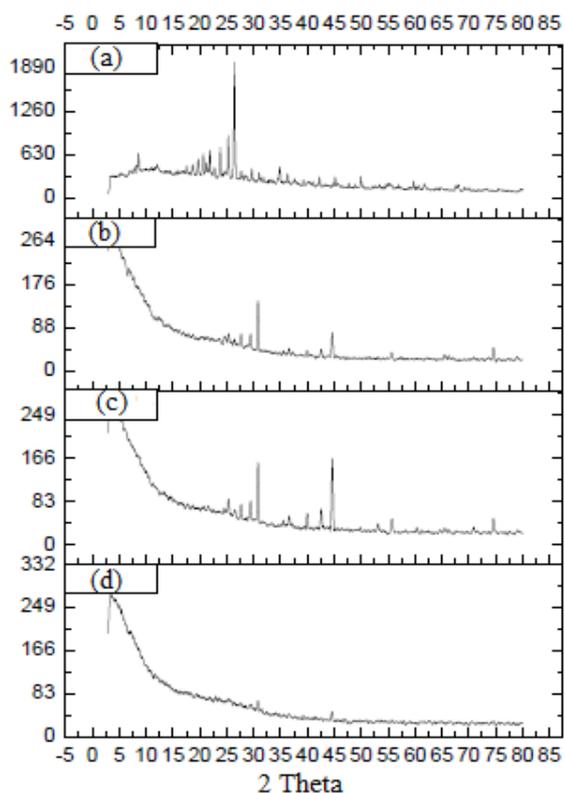
Sumber: Nurlina, dkk., 2017

Gambar 3: Kurva hubungan antara konsentrasi NaOH yang digunakan untuk ekstraksi dengan massa silika yang dihasilkan

Silika yang telah diperoleh kemudian dianalisis dengan XRD. Hasil XRD silika hasil ekstraksi batu padas dapat dilihat pada Gambar 4.

Berdasarkan difraktogram sinar-X yang tertera pada Gambar 4(a), karakteristik silika yang diperoleh dari batu padas ditandai dengan adanya puncak dengan intensitas maksimum pada sudut $2\theta = 26,44^\circ$ dengan daerah kisaran puncak $26,34^\circ$ - $26,54^\circ$.

Gambar 4(b), 4(c) dan 4(d) memperlihatkan difraktogram silika batu padas termodifikasi NaOH dengan konsentrasi berturut-turut 3 M, 5 M dan 7 M. Pada difraktogram tersebut juga dapat dilihat puncak 2θ pada rentang $26,34$ - $26,54$ yang menandakan adanya karakter silika. Intensitas puncak silika dengan konsentrasi 3 M, 5 M dan 7 M berturut-turut 71, 67, 66. Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan untuk mengekstraksi silika dari batu padas, maka intensitas puncak silika semakin menurun. Penurunan intensitas juga memperlihatkan adanya pola amorf.



Sumber: (Nurlina, dkk., 2017)

Gambar 4: Difraktogram sinar-X silika dari batu padas setelah aktivasi dengan HCl (a), silika termodifikasi NaOH 3 M (b), 5 M (c) dan 7 M (d)

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh simpulan sebagai berikut:

1. Difraktogram XRD silika hasil ekstraksi batu padas menunjukkan adanya puncak $2\theta = 26,44^\circ$ dengan daerah kisaran puncak $26,34^\circ$ - $26,54^\circ$ yang menandakan ciri khas silika (SiO_2).
2. Silika hasil ekstraksi paling banyak diperoleh dari ekstraksi dengan menggunakan larutan NaOH 7 M dengan perolehan maksimum sebesar 3,939%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memfasilitasi penelitian ini melalui dana DIPA Fakultas MIPA Tahun 2016.

DAFTAR PUSTAKA

- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*. 2 (2): 384-389.
- Demilecamps, A. 2016. Synthesis and characterization of polysaccharide-silica composite aerogels for thermal superinsulation. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. Institut Des Sciences Et Technologies Paris Institute of Technology. Thesis.
- Firdaus, M.Y.N., Osman, H., Metselaar, H.S.C., Rozyanty, A.R., 2016, A Simple Methode for the Production Pure Crystalline Silica from Lemon Grass, *BioResources*. 11(1): 1270-1279.
- Hendrix, Y., Lazaro, A., Yu, Q., Brouwers, J. 2015. Titania-Silica Composites: A Review on the Photocatalytic Activity and Synthesis Methods. *World Journal of Nano Science and Engineering*. 5: 161-177.

- Lukman, M.W., Yudyanto, dan Hartatiek. 2013. Sintesis Biomaterial Komposit CaO-SiO_2 Berbasis Material Alam (Batu Kapur dan Pasir Kuarsa) dengan Variasi Suhu Pemanasan dan Pengaruhnya Terhadap Porositas, Kekerasan dan Mikrostruktur. *jurnal online um.ac.id*, diakses: 10 Juni 2016.

- Morris, M.C., McMurdie, H., Paretzkin, E.B., Parker, H.S. and Panagiotopoulos, N.C. 1981. Standard X-ray Diffraction Powder Patterns. JCPDS X-Ray Reference Data. International Centre for Diffraction Data. National Measurement Laboratory National Bureau of Standards. Washington.
- Srivastava, K., Shringi, N., Devra, V., dan Rani, A., 2013, Pure Silica Extraction from Perlite: Its Characterization and Affecting factors, *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*. 2: 2936-2942.
- Selvakumar, K.V., Umesh, A., Ezhilkumar, P., Gayatri, S., Vinith, P., Vignesh, V. 2014. Extraction of Silica from Burnt Paddy Husk, *International Journal of ChemTech Research*. 6(9): 4455-4459.
- Todkar, B.S., Deorukhkar, O.A., Desmukh, S.M. 2016, Extraction of Silica from Rice Husk. *Journal of Engineering Research and Development*. 12 (3): 69-74