

Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Struktur Silika

Chaironi Latif, Triwikantoro, Munasir

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: triwi@physics.its.ac.id

Abstrak—Dalam penelitian ini telah dibuat mikrosilika dan silika amorf yang dikalsinasi dengan variasi temperatur 800°C, 1000°C dan 1200°C. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir silika berfasa quartz dari pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur yang dimurnikan dengan menggunakan HCl. Tahapan yang dilakukan adalah sintesis, kalsinasi, dan kopresipitasi mikrosilika, serta kalsinasi silika amorf. Karakterisasi SiO₂ menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD). Fasa quartz terbentuk dari kalsinasi mikrosilika pada temperatur 800°C dan 1000°C, sedangkan fasa quartz dan cristobalite rendah terbentuk pada temperatur 1200°C. Silika amorf terbentuk dari kopresipitasi mikrosilika terkalsinasi, hal ini menyatakan bahwa proses kalsinasi mikrosilika tidak mempengaruhi fasa yang dihasilkan ketika mikrosilika terkalsinasi dikopresipitasi. Fasa tridymite dan cristobalite terbentuk dari kalsinasi silika amorf pada temperatur 1000°C dan 1200°C, sedangkan pada temperatur 800°C terbentuk silika amorf dengan lebar puncak yang lebih kecil dibandingkan dengan silika amorf yang tidak dikalsinasi.

Kata Kunci: kalsinasi, kopresipitasi, mikrosilika, silika amorf

I. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam. Sebagai salah satu negara kepulauan terbesar di dunia, Indonesia memiliki panjang garis pantai mencapai 95.181 km sehingga jumlah pasir pantainya sangat melimpah [1]. Pasir pantai di Indonesia umumnya berwarna putih dan memiliki kecenderungan material berupa pasir silika. Pasir pantai adalah bahan galian yang teridir atas kristal-kristal silika (SiO₂) dan mengandung senyawa pengotor seperti CaO, Fe₂O₃, TiO₂, Al₂O₃, MgO, dan K₂O. Dalam kegiatan industri, penggunaan pasir pantai sudah berkembang meluas, baik langsung sebagai bahan baku utama maupun bahan campuran. Sebagai bahan baku utama, misalnya digunakan dalam industri gelas kaca, semen, tegel, mosaik keramik, bahan baku fero silikon, silikon 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 [2].

Penelitian untuk meningkatkan nilai guna silika dengan kinerja tinggi telah banyak dilakukan. Sebuah bahan material dapat direkayasa dengan teknologi nano untuk merubah kelompok atom atau molekul penyusunnya dalam skala nanometer. Dengan teknologi nano, silika dapat dimanfaatkan lebih efisien dan efektif [3]. Pemanfaatan silika dan kalsium

sebagai nanokomposit dapat dijadikan sebagai kandidat bahan bioaktif untuk aplikasi perbaikan jaringan tulang [4]. Penelitian lain memanfaatkan silika sebagai campuran komposit PANi untuk membentuk lapisan pencegah korosi [5]. Selain itu, masih banyak lagi pemanfaatan silika untuk aplikasi di industri yang berkaitan dengan produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik, dan katalis [6].

Penelitian mengenai bahan dan metode untuk mensintesis silika ke dalam ukuran mikro atau nano telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Mori berhasil mensintesis silika dari sampah gelas dengan metode alkalifusion [7]. Abu sekam padi telah disintesis menjadi nanosilika dengan metode kopresipitasi oleh Nittaya sehingga dihasilkan silika dengan tingkat kemurnian 98% [8].

Salah satu pendekatan yang digunakan untuk transformasi fasa adalah kalsinasi yaitu pemanasan serbuk pada temperatur tinggi tetapi masih berada di bawa titik leleh [9]. Dengan bahan abu sekam padi, Shinohara [10] berhasil membuktikan bahwa fasa *tridymite* dan *cristobalite* dapat terbentuk dengan metode kalsinasi pada variasi temperatur di atas 1000°C dengan waktu penahan enam jam dan pada variasi temperatur di atas 800°C dengan waktu penahan 24 jam. Hartiningsih juga melakukan penelitian serupa dengan bahan pasir Bancar. Dengan kalsinasi pada temperatur 1200°C fasa *cristobalite* rendah muncul dengan waktu penahan empat jam [5].

Pada tulisan ini difokuskan pada transformasi fasa hasil dari kalsinasi dengan variasi temperatur pada mikrosilika dan silika amorf dengan bahan baku pasir Bancar, Tuban, sehingga pengolahan pasir pantai diharapkan lebih bernilai tambah.

II. METODE

Metode sintesis silika dalam penelitian ini dibagi menjadi tiga skema besar. Skema pertama merupakan proses sistensis pasir alam silika menjadi MikroSiO₂. Skema kedua adalah kelanjutan sintesis MikroSiO₂ yaitu kopresipitasi mikrosilika. Skema ketiga adalah kalsinasi pada silika amorf pada sampel yang belum diproses kalsinasi.

A. Proses Sintesis MikroSiO₂

Sintesis mikrosilika bertujuan untuk menghasilkan mikrosilika dari bahan material pasir Bancar. Proses ini terdiri dari preparasi pasir alam, *milling*, *leaching*, selanjutnya mikrosilika yang terbentuk diberi dua perlakuan yaitu dikalsinasi dan tidak dikalsinasi. Mikrosilika yang terbentuk

akan diuji dengan XRD dan XRF. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui tingkat kemurnian silika sebelum dan sesudah diproses serta untuk mengetahui fasa yang terbentuk.

Proses preparasi pasir Bancar bertujuan untuk mengetahui bagaimana kandungan silika sebelum disintesis serta untuk menghilangkan bahan pengotor kasar mata yang terdapat dalam pasir. Tahap pertama adalah pasir dicuci dengan aquades sebanyak enam kali kemudian pasir dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 150°C selama delapan jam untuk menghilangkan kandungan air. Setelah itu, pasir tersebut dibersihkan dari pasir besi dengan menggunakan magnet permanen.

Pasir alam yang telah dikeringkan di-*milling* dalam keadaan basah (*wet milling*) dengan alat *ball milling* dengan kecepatan 150 rpm selama sepuluh jam. Sebanyak 15 gram pasir di-*milling* dan dicampur dengan alkohol 15 mL dan 17-19 bola zirconia setiap kali proses penggilingan. Setelah itu pasir didiamkan beberapa saat agar alkoholnya menguap dan pasir menjadi kering. Tujuan dari proses penggilingan ini adalah untuk merubah struktur pasir Bancar ke dalam ukuran mikro.

Setelah *milling*, proses berikutnya adalah *leaching*. Proses ini menggunakan bahan HCl 2M. Pasir yang telah berubah menjadi serbuk direndam dalam larutan HCl selama minimal 12 jam. Setelah itu, hasil rendaman dicuci sebanyak lima kali dengan menggunakan kertas saring. Hasil rendaman tadi dikeringkan dengan menggunakan panas lampu. Setelah kering, hasil tersebut dicuci dengan aquades. Sampai tahap ini, pasir alam telah disintesis menjadi mikrosilika selanjutnya diuji dengan XRD.

Mikrosilika yang dihasilkan diperlakukan dengan dua perlakuan, dikalsinasi dan tidak dikalsinasi. Variasi temperatur yang digunakan untuk proses kalsinasi adalah 800°C, 1000°C, dan 1200°C. Untuk perlakuan kalsinasi, sekitar enam gram mikrosilika dimasukkan dalam krusible kemudian dikalsinasi dengan menggunakan furnace laboratorium Fisika ITS dan dengan waktu penahanan empat jam.

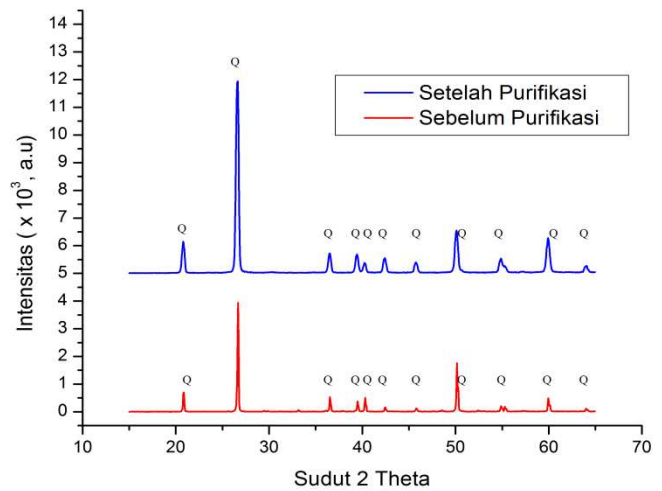
B. Proses Kopresipitasi Mikrosilika

Proses kopresipitasi mikrosilika bertujuan untuk mengetahui fasa yang dihasilkan pada setiap mikrosilika yang dihasilkan pada proses sebelumnya. Proses ini diawali dengan pencampuran mikrosilika dengan larutan NaOH 7M menggunakan magnetik *stirrer* dan magnetik bar kemudian temperatur dinaikan menjadi 300°C selama satu jam. Larutan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring halus dan didiamkan selama minimal 3 jam. Proses ini disebut *hydrothermal* yang menghasilkan larutan sodium silikat yang kemudian akan dititrasi dengan menggunakan HCl 2M secara bertahap hingga larutannya memiliki PH 7. Setelah tercapai PH yang diinginkan, *stirrer* dimatikan dan diamkan minimal 24 jam. Gel silika dan NaCl akan dihasilkan dari proses koepresipitasi.

Gel silika yang telah terbentuk dicuci dengan aquades dan disaring dengan menggunakan kertas saring halus sebanyak minimal 15 kali. Proses ini disebut pencucian yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan NaCl dari gel silika. Selanjutnya gel tersebut dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100°C sehingga menghasilkan serbuk silika amorf.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Purifikasi Silika



Gambar 1. Hasil XRD pasir Bancar sebelum dan sesudah purifikasi

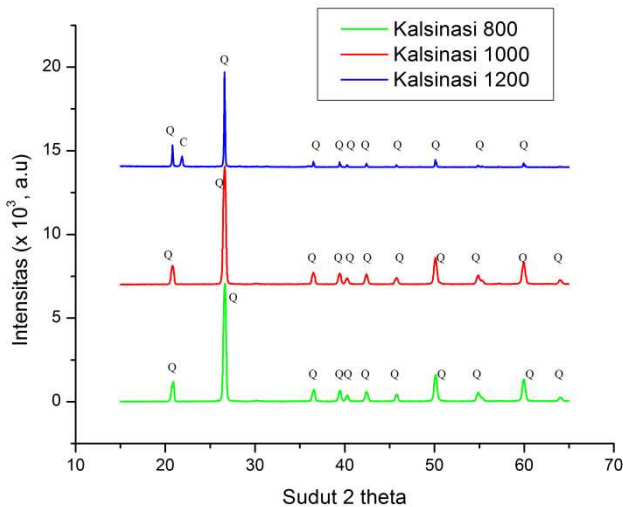
C. Kalsinasi Silika Amorf

Kalsinasi silika amorf bertujuan untuk mengetahui bagaimana pengaruh kalsinasi yang dilakukan pada saat sebelum dan sesudah silika amorf terbentuk. Silika amorf yang dihasilkan dikalsinasi dengan variasi temperatur 800°C, 1000°C, dan 1200°C dengan waktu penahanan selama empat jam. Selanjutnya silika amorf yang dikalsinasi tersebut diuji dengan XRD.

Pada saat sebelum dan sesudah proses purifikasi, pasir Bancar diuji XRD untuk mengetahui pengaruh dari proses tersebut terhadap kekrystalan pasir. Perbandingan hasil uji tersebut dapat dilihat pada Gambar 1. Dari uji XRD tersebut dapat diketahui bahwa pasir Bancar mengandung silika dengan fasa quartz dan bahan pengotor lainnya. Berdasarkan data PDF no 96-901-2601, kemunculan silika fasa *quartz* diilustrasikan dengan puncak grafik yang diberi tanda **Q** yang mana puncak grafik tersebut muncul pada sudut 20,88; 26,68; 36,6; 39,48; 40,32; 42,48; 45,8; 50,16; 54,88; 55,28; 57,24; dan 64. Tingkat intensitas menunjukkan tingkat kekrystalannya, sehingga semakin tinggi intensitas maka tingkat kekrystalannya semakin tinggi. Gambar 1 menunjukkan bahwa setelah tahap purifikasi tingkat kekrystalan silika meningkat.

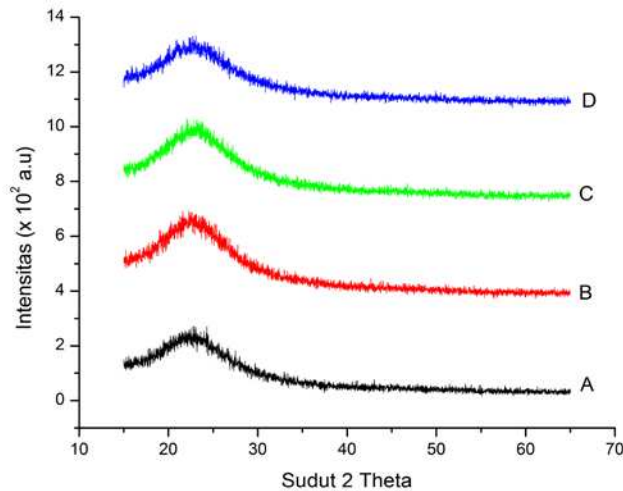
Uji XRD juga dilakukan pada sampel mikrosilika yang diberi perlakuan kalsinasi dengan variasi temperatur 800°C, 1000°C, dan 1200°C. Analisa hasil XRD dari silika yang dikalsinasi dengan temperatur 1000°C menggunakan kaskas bantu *Match!* dengan basis data pdf no 96-901-2601. Hasil analisa menyimpulkan bahwa silika yang dikalsinasi pada temperatur 800°C dan 1000°C memiliki fasa *quartz*(Q). Analisa hasil XRD dari silika yang dikalsinasi dengan temperatur 1200°C menggunakan kaskas bantu *HSP* dengan menggunakan database pdf no 01-076-0937 dan 01-085-0797 sehingga dapat disimpulkan bahwa silika tersebut memiliki fasa *crystalite* rendah (C) dan *quartz*(Q).

B. Kalsinasi Mikrosilika



Gambar 2. Hasil Uji XRD Mikrosilika yang dikalsinasi pada temperatur 800°C, 1000°C, dan 1200°C

C. Kopresipitasi Mikrosilika

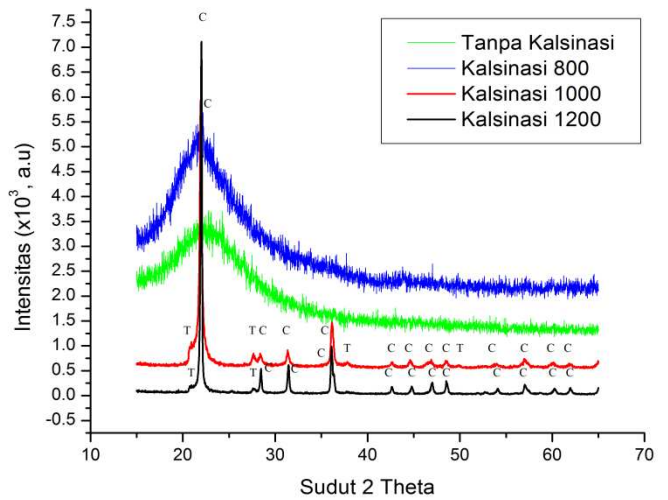


Gambar 3. Hasil Uji XRD pada silika hasil kopresipitasi

Mikrosilika yang diproses kopresipitasi diuji dengan XRD. Pada Gambar 3 silika amorf telah dibentuk dari hasil kopresipitasi mikrosilika. Grafik A menunjukkan silika amorf yang berasal dari mikrosilika tanpa kalsinasi, Grafik B merupakan silika amorf yang berasal dari mikrosilika dengan kalsinasi 800°C, Grafik C merupakan silika amorf yang berasal dari mikrosilika dengan kalsinasi 1000°C, dan Grafik D merupakan silika amorf yang berasal dari mikrosilika dengan kalsinasi 1200°C. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa silika yang terbentuk adalah silika amorf sehingga dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi mikrosilika tidak mempengaruhi fasa yang dihasilkan ketika mikrosilika dikopresipitasi.

D. Kalsinasi Silika Amorf

Setelah terbentuk silika amorf, dilakukan kalsinasi dengan variasi temperatur adalah 800°C, 1000°C, dan 1200°C. Setelah dikalsinasi, sampel tersebut diuji dengan menggunakan XRD seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil Uji XRD pada kalsinasi silika amorf

Dari gambar tersebut, terlihat bahwa silika amorf yang dikalsinasi dengan temperatur 800°C dan silika amorf tanpa kalsinasi memiliki fasa amorf. Sedangkan silika amorf yang dikalsinasi dengan temperatur 1000°C dan 1200°C menjadi mikrokrystal yang ditunjukkan dengan puncak intensitas yang tajam dan lebar puncak yang sempit. Silika amorf yang dikalsinasi pada temperatur 800°C memiliki fasa amorf dengan struktur yang lebih curam dibandingkan silika amorf yang tidak dikalsinasi. Analisa fasa pada silika amorf dengan kalsinasi 1000°C dan 1200°C menggunakan kakas bantu *Match!* dengan basis data pdf no 96-900-6302 dan 96-900-8226. Dari analisa tersebut dapat diketahui bahwa silika amorf yang dikalsinasi dengan temperatur 1000°C memiliki fasa *tridymite* (T) dan *crystalite* (C). Pada silika amorf yang dikalsinasi dengan temperatur 1200°C, intensitas fasa *tridymite* tampak berkurang sedangkan intensitas fasa *crystalite* bertambah sehingga dapat disimpulkan bahwa pada temperatur 1200°C terjadi transformasi fasa dari *tridymite* ke *crystalite*.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa fasa *quartz* terbentuk dari kalsinasi mikrosilika pada temperatur 800°C dan 1000°C, sedangkan fasa *quartz* dan *crystalite* rendah terbentuk pada temperatur 1200°C. Silika amorf terbentuk dari kopresipitasi mikrosilika terkalsinasi, hal ini menyatakan bahwa proses kalsinasi mikrosilika tidak mempengaruhi fasa yang dihasilkan ketika mikrosilika terkalsinasi dikopresipitasi. Fasa *tridymite* dan *crystalite* terbentuk dari kalsinasi silika amorf pada temperatur 1000°C dan 1200°C, sedangkan pada temperatur 800°C terbentuk silika amorf dengan lebar puncak yang lebih kecil dibandingkan dengan silika amorf yang tidak dikalsinasi.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia, "Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia," 2009. [Online]. Available:

- http://www.kkp.go.id/index.php/arsip/c/1048/Garis-Pantai-Indonesia-Terpanjang-Keempat-di-Dunia/?category_id=. [Accessed January 2014].
- [2] Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara, "Informasi Mineral dan Batubara," Kelompok Program Teknologi Informasi Pertambangan, 2005. [Online]. Available: <http://www.tekmira.esdm.go.id/data/PasirKwarsa/ulasan.asp?xdir=PasirKwarsa&commId=25&comm=Pasir%20Kwarsa>. [Accessed January 2014].
- [3] Kementerian Riset dan Teknologi Republik Indonesia, "Ristek," November 2009. [Online]. Available: <http://www.ristek.go.id/?module=News+News&id=4749>. [Accessed January 2014].
- [4] H. L. A. L. C. X. C. Zhongkui, "Preparation of bioactive glass ceramic nanoparticles by combination of sol-gel and coprecipitation method," *Journal of Non-Crystalline Solids*, p. 368-372, 2009.
- [5] T. Hartiningsih, Pengaruh variasi temperatur kalsinasi pasir silika sebagai bahan komposit anti korosi, Surabaya: ITS, 2013.
- [6] K. H. G. L. R. P. P. H. U. E. S. J. P. D. a. M. H. D. Nozawa, "Smart control of monodisperse Stöber silica particles: effect of reactant addition rate on growth process," *Langmuir*, pp. 1516-1523, 2005.
- [7] H. Mori, "Extraction of silicon dioxide from waste colored glasses by Alkalifusion using sodium hydroxide," *Journal of Ceramic Society of Japan*, vol. 11, pp. 376-381, 2003.
- [8] T. A. N. Nittaya, "Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method," *Chiang Mai J. Sci*, pp. 206-211, 2008.
- [9] T. Rosenqvist, Principles of Extractive Metallurgy, Norwegia: Univerty of Trondheim, 1974.
- [10] Y. Shinohara and N. Kohyama, "Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite," *Industrial Health*, vol. 42, p. 277-285, 2004.