

# Pengaruh Penambahan Heksana Terhadap Ukuran Partikel Silika Menggunakan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ dari Batu Rijang

Pera Meilita<sup>1</sup>, Syamsi Aini<sup>2\*</sup>, Fajriah Azra<sup>3</sup>, Rahadian Zainul<sup>4</sup>

<sup>1,2,3,4</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang

\*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

**Abstract** — Silica is commonly used in the fields of adsorption, medicine, catalyst synthesis, material purification and stationary phase for chromatography.  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  is a precursor to silica that is more economical and easily obtained. Basic materials that contain a lot of silica such as chert stones can be synthesized into  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Silica synthesis generally uses surfactants as a template for silica polymerization, therefore kosolven is required which can act as a magnifier of the size of crystals interacting with surfactants. The goal of the study was to determine the effect of n-hexane additions on the size of silica particles symbolized by S and SH5. Silica is synthesized using the sol-gel method with the base material  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  from chert stones, P104 as surfactant, HCl as solvent and n-hexane as an additive to increase crystal size. Silica is characterized using XRD. XRD measurements showed that the X-ray diffractogram pattern showed the peaks of S and SH5 products each had an angle of  $2\theta = 22.29^\circ$  which had a particle size of 13.19 nm and at an angle of  $2\theta = 25.33^\circ$  of 13.26 nm.

**Key words** — Silica, Sodium Silica, Sol-Gel, Hexane

## I. PENDAHULUAN

Kekayaan yang melimpah, merupakan ciri khas dari Indonesia, baik itu berupa organik maupun anorganik. Salah satu material anorganik tersebut adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ). Silika dapat disintesis menjadi prekursor yang lebih ekonomis dalam pembuatan silika yaitu natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Banyak penelitian terdahulu yang telah mensintesis silika dari natrium silikat yang disintesis dari bahan alam, diantaranya abu sekam padi [1], pasir silika [2], dan batu apung [3]. Pada tahun 2019 Alzain telah berhasil mensintesis silika dari natrium silikat yang disintesis dari batu *tuff* dengan bantuan surfaktan P104 [4]. Azwar telah berhasil mensintesis natrium silikat dari batu rijang, dengan menggunakan  $\text{HNO}_3$  4M, NaOH dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Batu rijang merupakan salah sumber silikat dengan kandungan silika sekitar 79%. Karakteristik dari batu rijang dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 1 berikut :



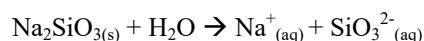
Gambar 1. Batu rijang bukit karang putih Indarung Padang

TABEL 1  
KARAKTERISTIK BATU RIJANG [5]

Karakteristik	Keterangan
Warna	Merah Hati, Kelabu Tua, Hitam, Coklat Tua
Rumus Kimia	$\text{SiO}_2 > 80\%$
Kekerasan	6,5 – 8,0 skala mosh
Sistem Kristal	Hexagonal
Berat Jenis	2,6 $\text{g/cm}^3$
Belahan Pecahan	Tidak Sempurna
Kemagnetan	Diamagnetik

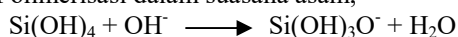
Silika biasa digunakan sebagai katalis, sensor, pemisahan, adsorpsi, kromatografi, dan *drug delivery* setelah dilakukan modifikasi sintesis[6]. Silika biasanya disintesis dengan menggunakan natrium silikat (prekursor), pelarut, surfaktan, dan zat aditif.

Natrium silika dapat disintesis dari batu rijang. Natrium silika disebut juga *water glass* merupakan senyawa yang terdiri dari ion natrium ( $\text{Na}^+$ ) dan ion silikat ( $\text{SiO}_3^{2-}$ ) dengan jumlah anion silikat yang bervariasi. Natrium silika berperan sebagai prekursor dalam sintesis silika. Reaksi dasar pelarutan natrium silikat dalam pembentukan silika sebagai berikut :

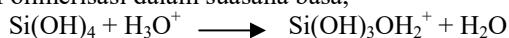




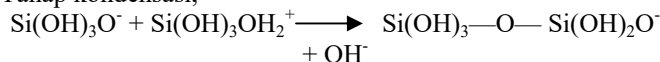
Polimerisasi dalam suasana asam,



Polimerisasi dalam suasana basa,



Tahap kondensasi,



Silika disintesis dengan menggunakan metoda sol-gel, karena dengan metoda ini dapat mensintesis dengan suhu rendah, sehingga dapat mengontrol distribusi ukuran partikel, dan morfologi silika yang dihasilkan lebih homogen [6-7], dibanding dengan metoda hidrotermal yang pertumbuhan silica porinya terjadi secara mikroskopik ditempat yang tertutup dalam autoklav dan pemanasan yang tinggi[8]. Surfaktan yang digunakan pada penelitian ini adalah P104. Surfaktan P104 merupakan jenis surfaktan non ionik, dimana surfaktan yang memiliki gugus netral, *bidegradable* dan tidak beracun sehingga aman digunakan [9]. Sintesis silika dilakukan dengan penambahan zat aditif yaitu n-heksana yang dapat memperbesar ukuran partikel. N-heksana dapat memperbesar ukuran partikel disebabkan n-heksana merupakan pelarut yang bersifat non-polar sehingga dapat memperluas inti misel PPO dan bagian rantai PEO dari misel surfaktan non-ionik mengarah kepermukaan misel yang menjadi tempat berpolimernya silika [10].

## II. METODE PENELITIAN

### A. Materials

Bahan yang dibutuhkan dibagi dua yaitu bahan sintesis natrium silikat, dan bahan untuk sintesis silika. Bahan untuk pembuatan natrium silikat yaitu batu rijang, HNO<sub>3</sub> 4M, NaOH, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Bahan untuk sintesis silika yaitu natrium silikat, HCl 2M, surfaktan P104, aquades dan n-heksana pa.

### B. Equipment

Kaca arloji, gelas kimia, krus paltina, labu, termometer, spinbar, hot plate, kondensor, statif, klem, spatula, corong *buchner*, erlenmeyer, desikator, oven, *furnace*, XRF dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

### C. Prosedur penelitian

#### 1. Sintesis Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>

Batu rijang dihaluskan menggunakan *crusher* hingga halus, kemudian diayak dengan ayakan 75 μm, dan besi ditarik dengan magnet.

Sebanyak 30 gram batu rijang yang telah dihaluskan direfluk dalam 150 mL HNO<sub>3</sub> 4M pada suhu 100°C selama 20 jam. Setelah proses refluk selesai larutan di saring dengan corong *buchner* dan kertas saring *whatman*, dan dibilas dengan aquades panas sampai pH netral. Kemudian di oven selama 1 jam pada suhu 10 °C.

Sebanyak 10 gram SiO<sub>2</sub> dicampurkan dengan 12 gram NaOH serta 8 gram Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Kemudian di *furnace* selama 3 jam pada suhu 300 °C [10].

#### 2. Sintesis Silika

Surfaktan P104 sebanyak 0,4 gram dilarutkan kedalam 20 mL HCl dan 40 mL aquades. Kemudian n-heksana dengan variasi 5 mL, 7 mL dan 9 mL dilarutkan dengan 80 mL aquades, kemudian dicampurkan dengan larutan P104. Kemudian Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sebanyak 10 gram dilarutkan dalam 10 mL aquades dan larutkan dalam larutan P104 dan n-heksana. Kemudian direfluk pada suhu 25 °C, kecepatan 250 rpm selama 6 jam. Setelah itu, dipanaskan selama 24 jam pada suhu 50 °C.

Setelah proses pemanasan selesai, filtrat disaring dengan menggunakan corong *buchner* dan kertas saring *whatman* sambil dibilas sampai pH netral dengan aquades. Setelah filtrat netral, tahap terakhir adalah dikalsinasi, tetapi dipanaskan secara perlahan terlebih dahulu dengan oven selama 24 jam dengan suhu 80°, kemudian baru di dikalsinasi selama 5 jam dengan suhu 550°.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Silika telah berhasil disintesis dengan menggunakan batu rijang yang berasal dari Bukit Karang Putih Indarung, Sumatera Barat. Batu memiliki kandungan silika yang besar, hal ini sesuai dengan hasil pengujian XRF berikut :

TABEL 2  
KANDUNGAN BATU RIJANG HASIL UJI XRF

Komponen	Berat %
SiO <sub>2</sub>	79,99
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,78
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,12
K <sub>2</sub> O	1,39
MgO	1,01
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,75

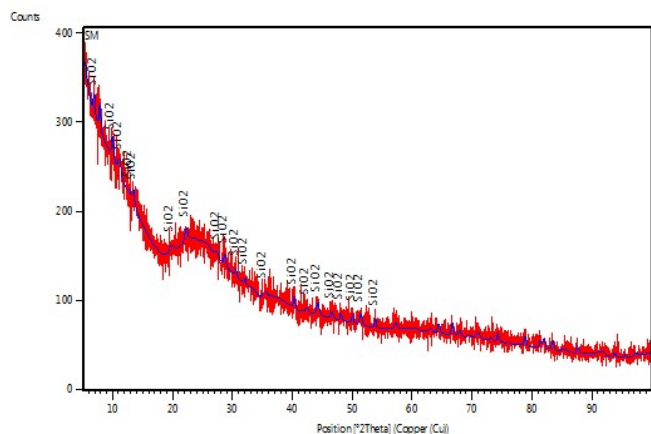
Dari Tabel 2 terlihat bahwa batu rijang memiliki kandungan silika yang tinggi, sehingga bisa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Secara umum telah diketahui bahwa silika tidak dapat larut didalam asam kecuali dengan HF, aquaregia, dan dapat bereaksi dengan NaOH. Sementara logam pengotor dalam bentuk oksida dapat larut dengan menggunakan HNO<sub>3</sub>.

Silika disintesis dari campuran natrium silikat sebagai prekursor, surfaktan P104 sebagai pencetak pori, dan n-heksana sebagai zat aditif dengan metoda sol gel. Sintesis silika dilakukan dengan empat tahap yaitu : hidrolisis, kondensasi, aging, dan kalsinasi.

Silika disintesis dengan variasi adanya penambahan n-heksana dan tidak adanya n-heksana. N-heksana dalam sintesis silika berperan sebagai agen pembesar ukuran partikel silika. N-heksana dapat berperan sebagai agen pembesar ukuran partikel disebabkan n-heksana yang bersifat non polar. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Shan pada tahun 2015 n-heksana dapat berperan sebagai agen pembesar

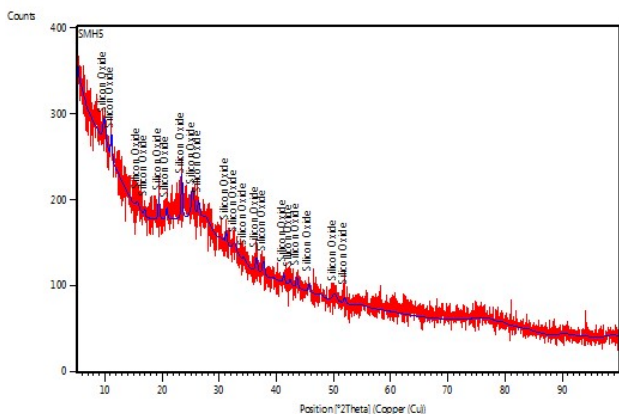
ukuran misel yang menjadi template berpolimernya silika berikut: [10].

Difraksi sinar-x yang didapat dari analisis XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran partikel. Silika yang telah berhasil disintesis disimbol kan dengan S (tanpa penambahan heksana) dan SH5 (penambahan 5 mL heksana). Berdasarkan uji XRD, diperoleh difraktogram SM sebagai berikut :



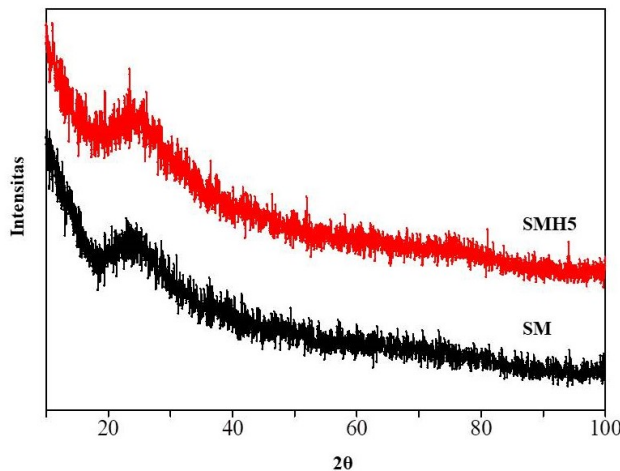
Gambar 2. Difraktogram S dengan menggunakan XRD

Gambar 2 menunjukkan bahwa silika memberikan pola difraksi silika (SiO<sub>2</sub>) yang melebar pada sudut 2θ = 22,29°, dengan adanya puncak yang melebar pada difraktogram bahwa silika bersifat amorf, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rohaeti [11]. Silika dikatakan bersifat amorf disebabkan karena penyusunan atom didalam silika terjadi secara acak dengan derajat keteraturan rendah atau ukuran partikel yang relatif kecil [11].



Gambar 3. Difraktogram SH5 dengan menggunakan XRD

Gambar 3 menunjukkan bahwa silika juga bersifat amorf, tetapi melebar pada sudut 2θ = 25,33°, lebih tinggi dibandingkan SM, sehingga perbedaan dari kedua difraktogram dapat dilihat jelas dari Gambar 3



Gambar 4. Perbedaan difraktogram S dan SH5

Difraktogram yang diberikan oleh XRD untuk masing-masing sampel S dan SH5, dapat memberikan informasi berupa ukuran partikel, yang dapat diketahui dengan menggunakan persamaan Scherrer berikut :

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Gambar 5. Persamaan scherrer [12]

Perhitungan dilakukan dengan menggunakan data 2θ dan setengah lebar puncak maksimum setiap partikel.

TABEL 3  
UKURAN SILIKA BERDASARKAN PERSAMAAN SCHERRER

Silika	Ukuran Partikel (nm)
SM	13,19
SMH5	13,26

Tabel 3 menunjukkan bahwa ukuran partikel dari S sebesar 13,19 nm mengalami kenaikan ukuran partikel pada SH5 yaitu hingga 13,26 nm. Peningkatan ukuran partikel ini membuktikan bahwa ukuran partikel meningkat dengan adanya penambahan n-heksana pada sintesis silika, dimana pelarut non polar seperti halnya n-heksana dapat memperbesar template tempat berpolimernya silika, dan menyebabkan ukuran partikel meningkat juga [10]. N-Heksana dapat memperbesar inti misel disebabkan karena heksana mengatur pembentukan suhu awal reaksi silika yang bernilai rendah [12-13]. Menurut Kruk, 2012 heksana memiliki kelarutan yang rendah dalam inti PPO, sehingga secara perlahan dapat mengatur pembentukan misel tempat berpolimernya silika[15]

## IV. KESIMPULAN

Ukuran partikel silika didapatkan S sebesar 13,19 nm dan ukuran partikel meningkat dengan penambahan n-heksana (SH5) hingga 13,26 nm.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak dan Ibu PLP Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang atas fasilitas serta dukungannya.

## REFERENSI

- [1] M. Shahmani, M. Mohebbi, A. Mehdi, A. Ghassempour, and H. Y. Aboul-Enein, "Silica microspheres from rice husk: A good opportunity for chromatography stationary phase," *Ind. Crops Prod.*, vol. 121, no. April, pp. 236–240, 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.05.023.
- [2] A. Azhari and M. Aziz, "Sintesis dan karakterisasi material berpori berbasis mineral silika Pulau Belitung," *J. Teknol. Miner. dan Batubara*, vol. 12, no. 3, pp. 161–170, 2017, doi: 10.30556/jtmb.vol12.no3.2016.135.
- [3] A. Mourhly, M. Khachani, A. El Hamidi, M. Kacimi, M. Halim, and S. Arsalane, "The synthesis and characterization of low-cost mesoporous silica SiO<sub>2</sub> from local pumice rock," *Nanomater. Nanotechnol.*, vol. 5, 2015, doi: 10.5772/62033.
- [4] M. I. Alzain, S. Aini, and R. Santika, "Potential of Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> was Synthesized from Tuff Stones as Precursor Synthesis Mesoporous Silica Potensi Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang Disintesis dari Batu Tuff sebagai Bahan Dasar Sintesis Silika Mesopori Abstract — Mesoporous silica was synthesized using sodium sili," vol. 8, no. 1, pp. 6–8, 2019.
- [5] L. Sierra, B. Lopez, and J. L. Guth, "Preparation of mesoporous silica particles with controlled morphology from sodium silicate solutions and a non-ionic surfactant at pH values between 2 and 6," *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 39, no. 3, pp. 519–527, 2000, doi: 10.1016/S1387-1811(00)00227-4.
- [6] A. Ananda and S. Aini, "Sintesis Silika Mesopori Menggunakan Bahan Dasar Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang Dihasilkan dari Pasir Silika dengan Metoda," vol. 10, no. 1, pp. 37–39, 2021, doi: 10.1039/b313712k.J.
- [7] H. D. Fahyuan, D. Dahlan, and A. -, "Pengaruh Konsentrasi Ctab Dalam Sintesis Nanopartikel TiO<sub>2</sub> Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol Gel," *J. Ilmu Fis. | Univ. Andalas*, vol. 5, no. 1, pp. 16–23, 2013, doi: 10.25077/jif.5.1.16-23.2013.
- [8] R. Ridhawati, A. W. Wahab, N. La Naffe, and I. Raya, "Pengaruh Metode Sintesis Silika Mesopori SBA-15 terhadap Analisis Differential Scanning Calorimetry dan Pengukuran Low Angles X-Ray Diffraction," *INTEK J. Penelit.*, vol. 5, no. 1, p. 39, 2018, doi: 10.31963/intek.v5i1.198.
- [9] E. Johansson, M. Odén, and M. Karlsteen, "Design Of Mesoporous Silica Templates For Nanoparticle Growth," *Des. MESOPOROUS SILICA TEMPLATES NANOPARTICLE GROWTH Emma Johansson Superv.*, p. 71, 2008.
- [10] W. Shan, W. Wang, and H. Ru, "Siliceous mesocellular foams modified via a partitioned cooperative self-assembly process using hexane as pore swelling agent," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 425, pp. 183–189, 2015, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2015.06.007.
- [11] E. Rohaeti, "Karakterisasi Biodegradasi Polimer," *Prosiiding Semin. Nas. Penelitian, Pendidik. dan Penerapan MIPA*, vol. 47, pp. 248–257, 2009.
- [12] Masruroh, A. Manggara, T. Papilaka, and R. T. T, "Masruroh, dkk : Penentuan ukuran Kristal ...melalui pendekatan persamaan an Debye Scherrer," *Jur. Fis. dan Kim. FMIPA Univ. Brawijaya*, vol. 1, no. 2, pp. 24–29, 2013.
- [13] J. Sun *et al.*, "Alkanes-assisted low temperature formation of highly ordered SBA-15 with large cylindrical mesopores," *Chem. Commun.*, no. 42, pp. 5343–5345, 2005, doi: 10.1039/b509713d.
- [14] H. Zhang and Y. Shen, "Straight chain alkane-assisted synthesis of mesoporous silica," *Mater. Lett.*, vol. 75, pp. 183–185, 2012, doi: 10.1016/j.matlet.2012.01.131.
- [15] M. Kruk, "Access to ultralarge-pore ordered mesoporous materials through selection of surfactant/swelling-agent micellar templates," *Acc. Chem. Res.*, vol. 45, no. 10, pp. 1678–1687, 2012, doi: 10.1021/ar200343s.