

Sintesis dan Karakterisasi XRD dari Nanosilika Menggunakan Metode Sol-gel

Dimas Pramudita, Jesika Nababan, Anasthasya Isaura, Putri Ratnalisti, Wenika Simbolon, Miranti Maya Sylvani, Siti Unvaresi Misonia Beladona, Riandy Putra*

Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Palangka Raya,
Palangka Raya, 73111, Indonesia

*Email: riandy@mipa.upr.ac.id

Abstrak

Mineral di Indonesia memiliki potensi besar untuk dikembangkan dalam sektor pertambangan dan industri salah satunya adalah silika. Silika oksida (SiO_2) merupakan mineral berbentuk padatan yang banyak dianalisis dalam pengembangan penelitian sintesis nanomaterial. Pada penelitian ini sintesis nanomaterial silika dilakukan menggunakan metode sol-gel untuk memperoleh kristal murni yang sesuai standar. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah menganalisis karakterisasi dan kemurnian hasil kristalisasi silika (SiO_2) dengan metode sol-gel menggunakan XRD. Penelitian sintesis silika menggunakan metode sol-gel dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu, Universitas Palangka Raya, Kalimantan Tengah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis nanosilika dengan metode sol-gel terjadi dalam 2 tahapan reaksi, yaitu reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi, dimana diperoleh hasil puncak $2\theta = 26,7^\circ$ dengan nilai intensitas yang tinggi, nilai kristalinitas 64,4%, dan ukuran rata-rata kristal sebesar 1,2544 nm.

Kata kunci: kristal, nanomaterial, silika, Sol-Gel, XRD

Abstract

Minerals in Indonesia have great potential to be developed in the mining and industrial sectors, including silica. Silica oxide (SiO_2) is a solid mineral widely analyzed in the development of nanomaterial synthesis research. In this study, silica nanomaterials were synthesized using the sol-gel method to obtain pure crystals that meet the standards. This research aims to analyze the characterization and purity of silica (SiO_2) crystallization results using the sol-gel method with XRD. The research of silica synthesized using the sol-gel method was conducted at the Integrated Laboratory UPT, University of Palangka Raya, Central Kalimantan. The results of the study showed that the synthesis of nanosilica using the sol-gel method occurred in two reaction stages: hydrolysis and condensation reactions, where the peak obtained was at $2\theta = 26.7^\circ$ with a high-intensity value, a crystallinity value of 64.4%, and an average crystal size of 1.2544 nm.

Keywords: crystal, nanomaterial, silica, Sol-Gel, XRD

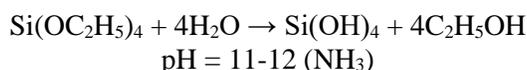
Pendahuluan

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam, baik sumber daya alam hayati maupun non-hayati, seperti mineral. Mineral di Bumi sangat beragam dan dapat ditemukan dalam berbagai bentuk serta memiliki nilai strategis yang tinggi. Kekayaan alam mineral di Indonesia memiliki potensi besar untuk dikembangkan dalam sektor pertambangan dan industri. Salah satu bahan mineral alam yang sangat berpotensi untuk dikembangkan adalah silika (SiO_2) (Wahyuningsih *et al.*, 2021). Silika merupakan mineral dengan rumus molekul SiO_2 (Silikon Dioksida), yang berbentuk padatan dan terbentuk melalui penggumpalan larutan natrium silikat yang telah ditambahkan larutan asam (Dan *et al.*, 2017). Silika

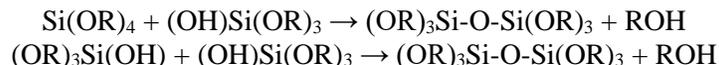
menjadi salah satu mineral yang banyak dianalisis dalam penelitian karena kemudahan proses pembuatannya dan luasnya penggunaannya dalam berbagai aplikasi, baik di bidang industri, farmasi, maupun elektronik. Salah satu contoh pemanfaatan silika dan pasir silika adalah sebagai adsorben, karena memiliki gugus silanol (Si–OH) dan gugus siloksan (Si–O–Si) yang memungkinkan silika untuk menyerap berbagai molekul atau ion (Silahooy, 2020).

Beberapa tahun terakhir, penelitian sintesis silika dengan beberapa metode kimia basah terus dikembangkan, seperti kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, dan hidrotermal/solvotermal. Metode tersebut membantu dalam pengembangan sintesis nanomaterial berbahan SiO₂, dimana nanopartikel SiO₂ memiliki sifat amorf dan memiliki sifat optik yang sangat penting dalam aplikasi pembuatan nanokomposit ZnO-Silika untuk lampu hemat energi LED, karena material silika bersifat transparan pada daerah cahaya tampak (Qiao *et al.*, 2016). Metode yang berperan luas dalam sintesis silika adalah metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan sintesis yang cukup sederhana dan memiliki beberapa keunggulan, diantaranya adalah dapat dilakukan pada temperatur rendah, dapat menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi dan kehomogenan yang baik, serta dapat diaplikasikan dalam berbagai kondisi. Dengan metode sol-gel, dihasilkan silika gel yang memiliki kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan metode sintesis lainnya (Paramitha *et al.*, 2019).

Tahapan metode sol-gel yang pertama adalah hidrolisis.
Dalam etanol:



Tahapan kedua adalah reaksi kondensasi:



Tahapan hidrolisis dan kondensasi dalam metode sol-gel berperan penting dalam menghasilkan material dengan sifat kimia dan fisik yang spesifik. Dimana tahapan hidrolisis dalam metode sol-gel melibatkan reaksi antara metal alkoksida dengan air pada kondisi asam, basa, atau netral untuk menghasilkan sol koloid atau partikel padatan metal hidroksida dalam larutan (Lei *et al.*, 2020). Kemudian setelahnya reaksi kondensasi akan berlangsung, dimana tahapan kondensasi akan melibatkan reaksi antara partikel padatan metal hidroksida dengan alkohol atau air, menghasilkan *oxygen bridge* yang membentuk metal oksida (Widodo, 2017). Pada tahapan berikutnya setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, terjadi proses pematangan gel atau proses ageing. Proses aging sangat penting dalam membentuk jaringan gel yang lebih kaku dan kuat. Kontrol terhadap waktu aging memungkinkan penghasilan material dengan ukuran partikel yang tepat, distribusi pori yang homogen, dan kemurnian yang tinggi (Salamah *et al.*, 2022).

Metode sol gel akan menghasilkan hasil akhir berupa kristal, dimana kristal yang diperoleh dapat dianalisis kemurniannya dan karakterisasinya menggunakan XRD. XRD berfungsi untuk mengetahui sifat bahan sebagai kristal atau amorf. Prinsip dasar uji XRD ialah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal dan menerapkan hukum Bragg, yang menyatakan bahwa terdapat perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X yang merupakan kelipatan panjang gelombang (*et al.*, 2022). Hukum Bragg dinyatakan dengan rumus:

$$n\lambda = d \sin\theta \quad (1)$$

dimana:

n = bilangan bulat,

λ = panjang gelombang sinar-X,

d = jarak antar bidang,

θ = sudut difraksi

Dengan mempertimbangkan potensi sumber silika dan pentingnya nanosilika dalam berbagai aplikasi, yang mendasari penelitian ini adalah melakukan sintesis nanosilika menggunakan metode sol-gel. Metode ini dipilih karena kemampuannya untuk menghasilkan nanosilika dengan ukuran dan sifat yang dapat dikontrol, sehingga memungkinkan pengembangan material dengan karakteristik yang diinginkan. Melalui penelitian ini, diharapkan dapat diperoleh pemahaman yang lebih baik mengenai proses sintesis dan karakteristik nanosilika yang dihasilkan, serta potensi aplikasinya dalam berbagai bidang.

Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu metode sol-gel untuk mensintesis dan mengontrol bentuk atau ukuran nanosilika. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Palangka Raya.

Alat

Alat yang digunakan adalah gelas kimia 250 mL, erlenmeyer 250 mL, botol aquades, batang pengaduk, Termometer, kertas saring, sentrifugasi, *magnetic stirrer* dan *hot plate*.

Bahan

Bahan yang digunakan adalah aquades, amonia p.a (NH_3 25% Merck), etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$), dan *sodium silicate solution* (Na_2SiO_3 , Merck).

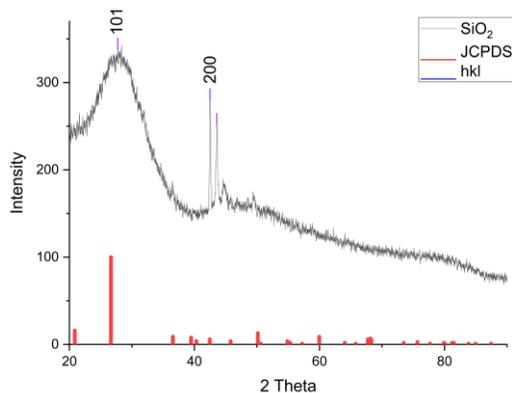
Prosedur Kerja

Sintesis nanosilika menggunakan metode yang dimodifikasi sebagai berikut, larutan dibuat dengan campuran Amonia dan Etanol (A/E) dalam jumlah perbandingan (1:2), yaitu masing-masing 30:60 mL. Sebagai media prekursor silika, ditambahkan 0,5 mL *Sodium Silicate Solution* dan 7 mL Aquades secara tetes demi tetes ke dalam campuran A/E. Setelah itu didiamkan selama 1 jam, selanjutnya dilakukan sentrifugasi dan dicuci dengan Aquades. Tahap terakhir dikeringkan pada suhu 80-90 °C untuk didapatkan nanopartikel silika (Zulfiqar *et al.*, 2016). Hasil padatan dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui pola difraksi kristalin.

Hasil dan Pembahasan

Sintesis SiO_2 dilakukan dengan mereaksikan natrium silikat dan prekursor yang merupakan campuran dari amonia dan etanol yang kemudian ditambahkan dengan aquades (H_2O). Data difraktogram XRD dari SiO_2 yang dibandingkan dengan JCPDS 00-046-1045 dapat dilihat pada Gambar 1.

Diketahui hasil puncak pada sampel $2\theta = 26,7^\circ$ dengan nilai intensitas yang tinggi. Berdasarkan pada Gambar 1, difraktogram SiO_2 menunjukkan kesesuaian dengan JCPDS 00-046-1045, dan memiliki nilai kristalinitas 64,4% serta ukuran kristal SiO_2 dijelaskan pada Tabel 1.



Gambar 1. Difraktogram SiO₂ dan JCPDS 00-046-1045

Tabel 1. Hasil difraktogram SiO₂

2 θ	FWHM	<i>d-spacing</i> (nm)	Ukuran kristal
26,788	12,42607	0,01784	0,65720
43,6119	2,98536	0,02861	2,86616
47,33549	36,16457	0,03092	0,23984
Rata-rata Kristal			1,2544

Berdasarkan data yang terdapat pada Tabel 1, dapat dilihat bahwa ukuran rata-rata kristal silika adalah 1,2544 nm. Ukuran kristal ini mengindikasikan bahwa silika yang dihasilkan termasuk dalam kategori nanopartikel sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kyriacos *et al.* (Kyriacos, 2017) yang menyatakan bahwa ukuran nanosilika berkisar antara 1-100 nm. Silika yang berhasil disintesis menunjukkan tingkat kristalinitas yang sedikit lebih rendah, tetapi memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan silika yang dihasilkan oleh (Bruckmann *et al.*, 2020).

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis nanosilika dengan metode sol-gel terjadi dalam 2 tahapan reaksi yaitu reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi, dimana diperoleh hasil puncak $2\theta = 26,7^\circ$ dengan nilai intensitas yang tinggi, nilai kristalinitas 64,4%, dan nilai rata-rata 1,2544 nm.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kami tujukan kepada Universitas Palangka Raya dan Laboratorium Terpadu, Universitas Palangka Raya yang telah memberikan dukungan dan fasilitas penelitian.

Daftar Pustaka

- Bruckmann, F. da S., Pimentel, A. C., Viana, A. R., Salles, T. da R., Krause, L. M. F., Mortari, S. R., Silva, I. Z. da, dan Rhoden, C. R. B. 2020. Synthesis, characterization and cytotoxicity evaluation of magnetic nanosilica in L929 cell line. *Disciplinarum Scientia - Ciências Naturais e Tecnológicas*, 21(3), 01–14. <https://doi.org/10.37779/nt.v21i3.3631>

- Ciptawati, E., Hilfi Azra Dzirkulloh, M., Oki Septiani, M., Rinata, V., Ainur Rokhim, D., Azfa Fauziyyah, N., dan Sribuana, D. 2022. Analisis Kandungan Mineral dari Lumpur Panas Sidoarjo sebagai Potensi Sumber Silika dan Arah Pemanfaatannya. *IJCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis)*, 5(1), 18–28. <https://doi.org/10.20885/ijca.vol5.iss1.art3>
- Dan, P., Silika, K., Sio, Kuarsa, P., Pasir, D., Kecamatan, P., Selatan, P., Poso, K., Ukhtiyani, I., Darwis, D., dan Iqbal, D. 2017. Purification and characterization of quartz sand from Pasir Putih village, South Pamona sub-district of Poso. *Natural Science: Journal of Science and Technology*, 6(3), 270–275.
- Kyriacos, D. 2017. Polycarbonates. In *Brydson's Plastics Materials: Eighth Edition* (pp. 457–485). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-35824-8.00017-7>
- Lei, Q., Guo, J., Noureddine, A., Wang, A., Wuttke, S., Brinker, C. J., dan Zhu, W. 2020. Sol–Gel-Based Advanced Porous Silica Materials for Biomedical Applications. *Advanced Functional Materials*, 30(41), 1–28. <https://doi.org/10.1002/adfm.201909539>
- Paramitha, T., Saputra, T. R., Aliah, A. N., Tarigan, A. V., dan Ghozali, M. 2019. Karakterisasi Silika Dari Abu Ampas Tebu. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 5(3), 290–298. <https://doi.org/10.22487/kovalen.2019.v5.i3.14309>
- Qiao, B., Liang, Y., Wang, T. J., dan Jiang, Y. 2016. Surface modification to produce hydrophobic nano-silica particles using sodium dodecyl sulfate as a modifier. *Applied Surface Science*, 364, 103–109. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.12.116>
- Salamah, S., Trisunaryanti, W., Kartini, I., dan Purwono, S. 2022. Synthesis of Mesoporous Silica from Beach Sand by Sol-Gel Method as a Ni Supported Catalyst for Hydrocracking of Waste Cooking Oil. *Indonesian Journal of Chemistry*, 22(3), 726–741. <https://doi.org/10.22146/ijc.70415>
- Silahooy, S. 2020. Analisis Serbuk Silika Amorf (SiO₂) Berbahan Dasar Pasir. *Scie Map J*, 2(2), 75–78.
- Wahyuningsih, K., Yuliani, S., dan Hoerudin. 2021. Characteristics of silica nanoparticles from rice husk as influenced by surface modification with used solvent containing silane. *Journal of Engineering and Technological Sciences*, 53(4). <https://doi.org/10.5614/j.eng.technol.sci.2021.53.4.3>
- Widodo, S. 2017. Proses Sintesis Nano Partikel Indium Oksida dengan Metode Sol Gel sebagai Lapisan Aktif Pada Sensor Gas. *Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia XIII*, 175–182.
- Zulfiqar, U., Subhani, T., dan Wilayat Husain, S. 2016. Synthesis of silica nanoparticles from sodium silicate under alkaline conditions. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 77(3), 753–758. <https://doi.org/10.1007/s10971-015-3950-7>