



Synthesis of Red Mud-Based SiO₂ with Various NaOH Concentration and Extraction Times

Bernadeta Dwi Meilani, Nelly Wahyuni, dan Anis Shofiyani [□]

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Tanjungpura, Jl. Prof. Dr. Hadari Nawawi, Bansir Laut, Kec. Pontianak Tenggara, Kota Pontianak, Kalimantan Barat, Indonesia 78124 Telp. (0561) 739630

Info Artikel

Diterima : 19-09-2023

Ditetujui : 05-11-2023

Dipublikasikan : 30-11-2023

Keywords:

Red mud
SiO₂
NaOH
Ekstraksi

Abstrak

Red mud adalah limbah dari proses *Bayer* yang berpotensi menjadi polutan bagi lingkungan karena ukuran yang kecil serta memiliki sifat alkanitas yang tinggi. *Red mud* mengandung SiO₂ sebesar 9,4 %. Penelitian ini akan mensintesis SiO₂ dengan teknik refluks. Sintesis SiO₂ dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi (waktu refluks). Tujuan penelitian ini adalah mengetahui konsentrasi NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) dan waktu ekstraksi (2 jam, 3 jam, dan 4 jam) terhadap rendemen dan kemurnian serta karakteristik SiO₂ hasil sintesis menggunakan XRF, XRD, dan PSA. Rendemen tertinggi sebesar 2,59 % pada konsentrasi NaOH 5 M dan waktu ekstraksi 2 jam. Kemurnian SiO₂ tertinggi pada konsentrasi NaOH 7,5 M sebesar 47,6 % dan pada waktu ekstraksi 4 jam sebesar 48,1 %. Fasa SiO₂ hasil sintesis berdasarkan analisis XRD adalah amorf dengan jenis mineral yaitu SiO₂ dan *Kyanite* (Al₂SiO₅). Ukuran rata – rata partikel untuk variasi konsentrasi NaOH 2,5 M; 5 M; dan 7,5 M secara berurut adalah 371 nm, 464 nm, dan 493 nm, sedangkan untuk variasi waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam secara berurut adalah 464 nm, 971 nm, dan 226,7 nm. Sintesis SiO₂ optimum pada konsentrasi NaOH 7,5 M dan waktu ekstraksi 4 jam.

Abstract

Red mud is a waste from the bayer process which has the potential to become a pollutant to the environment due to its small size and high alkalinity. Red mud contains 9,4 SiO₂. The research will synthesize SiO₂ using reflux techniques. SiO₂ synthesis is influenced by NaOH concentration and extraction time. The purpose of this study was to determine the concentration of NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) and extraction time (2 hours, 3 hours, and 4 hours) on the yield and purity as well as the characteristics of SiO₂ synthesized using XRF, XRD, and PSA. The highest yield was 2,59 % at 5 M NaOH concentration and 2 hours extraction time. The highest SiO₂ purity was at 7,5 M NaOH concentration of 47,6 % and at 4 hours of extraction time of 48,1 %. The synthesized SiO₂ phase based on XRD analysis is amorphous with two types of minerals namely SiO₂ and *Kyanite* (Al₂SiO₅). Average particle size for varying NaOH concentrations of 2,5 M; 5 M; and 7,5 M respectively were 371 nm, 464 nm, and 493 nm, while for variations of extraction time of 2 hours, 3 hours, and 4 hours respectively were 464 nm, 971 nm, and 226,7 nm. Optimum SiO₂ synthesis at a NaOH concentration of 7,5 M and extraction time of 4 hours.

© 2023 Universitas Negeri Semarang

□ Alamat korespondensi:

Jl. Prof. Dr. Hadari Nawawi, Bansir Laut, Kec. Pontianak Tenggara, Kota Pontianak, Kalimantan Barat
E-mail: anis.shofiyani@chemistry.untan.ac.id

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Bauksit adalah mineral dari batuan sedimen yang termasuk dalam golongan sumber daya alam tak terbarukan. Bauksit biasanya berwarna krem, kuning, putih, abu – abu, coklat, coklat kemerahan, dan merah muda. Bauksit sendiri mengandung besi (Fe), kuarsa, dan aluminium (Al) (ESDM, 2016).

Proses pemurnian bauksit menjadi aluminium melalui proses Bayer menghasilkan limbah berupa *red mud*. *Red mud* berpotensi menjadi limbah yang berbahaya bagi lingkungan karena memiliki ukuran yang kecil serta sifat alkalinitas yang tinggi. *Red mud* memiliki komposisi yaitu Al_2O_3 10 – 20 %, SiO_2 3 – 50 %, Fe_2O_3 30 – 60 %, Na_2O 2 – 10 %, CaO 2 – 8 % dan $\text{TiO}_2 < 25\%$ (Sutar, *et al.*;2014). Komponen utama *red mud*, selain Al_2O_3 dan Fe_2O_3 adalah SiO_2 sehingga pada penelitian ini akan melakukan sintesis SiO_2 .

SiO_2 atau silika adalah senyawa yang memiliki kemampuan adsorpsi yang baik sehingga dapat dijadikan sebagai adsorben karena memiliki gugus aktif berupa siloksan (Si – O – Si) dan silanol (Si-OH). Selain memiliki kemampuan adsorpsi yang baik silika juga dapat melakukan pertukaran ion dengan baik, memiliki kestabilan mekanik, bersifat inert, dan memiliki sifat termal yang tinggi. Silika juga bisa digunakan untuk material prekonsentrasi atau pemisahan analit karena permukaan silika bersifat reversible sehingga dapat mengikat analit (Hardyanti, *et al.*; 2017).

Sintesis SiO_2 dapat dilakukan dengan metode kopresipitasi, presipitasi, sol-gel, dan hidrotermal. Pada penelitian ini metode yang digunakan untuk mensintesis SiO_2 adalah presipitasi. Metode adalah metode yang dilakukan dengan mengambil zat tertentu dalam suatu larutan. Pengambilan zat tersebut dilakukan dengan cara melarutkan zat tersebut dalam pelarut sehingga zat tersebut keluar dan membentuk endapan (Yusuf, *et al.*;2021).

Sintesis SiO_2 pada penelitian yang dilakukan oleh Sukirno *et al.* (2017), sintesis SiO_2 dari batu padas dengan konsentrasi NaOH 4 M dan waktu ekstraksi 120 menit diperoleh senyawa SiO_2 sebesar 76,454 % dan masih mengandung zat pengotor seperti MgO, CaO, Fe_2O_3 , K_2O , dan Al_2O_3 sebesar 19,302 %. Penelitian lain yang dilakukan Ulfa *et al.* (2020), sintesis nanosilika dari batu apung pada variasi konsentrasi NaOH 2,5 M; 2,7 M; 2,9 M; 3,1 M; dan 3,3 M dengan waktu ekstraksi 24 jam dihasilkan konsentrasi NaOH yang optimum pada variasi NaOH 2,7 M dengan kandungan SiO_2 sebesar 97,1 % dan terendah pada variasi NaOH 3. SiO_2 pada konsentrasi NaOH 2,7 M memiliki fasa amorf dengan ukuran partikel rata – rata ($11,9 \pm 2,6$) nm. Penelitian lain yang dilakukan oleh Retnosari (2017), silika (SiO_2) yang diekstraksi dari *fly ash* dengan variasi konsentrasi NaOH 1,5 M; 2 M; 2,5 M; dan 3 M dengan variasi waktu ekstraksi 60 menit, 90 menit dan 120 menit dihasilkan kadar silika (SiO_2) tertinggi yang terekstrak pada variasi NaOH 3 M dengan waktu ekstraksi 120 menit sebesar 33%.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sintesis SiO_2 dipengaruhi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi sehingga pada penelitian ini akan dipelajari konsentrasi NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) dan waktu ekstraksi (2 jam, 3 jam, dan 4 jam) optimal terhadap rendemen dan kemurnian SiO_2 hasil sintesis. Penelitian juga akan melakukan karakterisasi SiO_2 hasil sintesis untuk mengetahui fasa kristal serta ukuran partikel SiO_2 hasil sintesis. Kemurnian SiO_2 dianalisis menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), sedangkan fasa kristal dianalisis dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan ukuran partikel dianalisis dengan *Particle Size Analyzer* (PSA).

Metode

Alat dan Bahan

Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan 100 mesh, corong, cawan petri, erlenmeyer, *hot plate*, kondensor, labu leher tiga, labu ukur, *magnetic stirrer*, neraca analitik OHAUS PX224/E, particle size analyzer (PSA) Microtac Nanotracs Wave II, pH meter Hanna pH 211, sonikasi Branson 3510, x-ray diffraction (XRD) X'pert PRO PANalytical, dan x-ray fluorescence (XRF) PANalytical Epsilon 3.

Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah akuades (H_2O), asam klorida (HCl), kertas saring *whattman* no.42, natrium hidroksida (NaOH), dan *red mud* dari PT. Indonesia Chemical Alumina (ICA) Tayan, Kalimantan Barat.

Prosedur Penelitian

Preparasi sampel *red mud*

Preparasi sampel merujuk pada Sukirno *et al.* (2017), sampel *red mud* dicuci dengan akuades untuk menghilangkan zat pengotor. *Red mud* yang sudah bersih kemudian dipisahkan dari besi (Fe_2O_3) menggunakan magnet *neodymium*. *Red mud* yang sudah kering dan dipisahkan dari besi haluskan dengan cara gerus. *Red mud* yang sudah digerus, kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh. Serbuk *red mud* direndam menggunakan akuades suhu $40^\circ\text{C} \pm 2$ jam dan dikeringkan kembali dengan oven pada suhu 105°C selama 10 jam.

Sintesis SiO₂ dari bahan dasar *red mud*

Sintesis SiO₂ mengacu pada Sukirno *et al.* (2017) dengan memodifikasi bahan dasar. Sintesis dilakukan dengan memasukkan 25 gram *red mud* hasil preparasi ke dalam labu leher tiga, kemudian ditambahkan 100 mL larutan NaOH 2,5 M; 5 M; dan 7,5 M. Campuran tersebut direfluks hingga mendidih disertai pengadukan dengan kecepatan 350 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Hasil refluks disaring dengan kertas saring *whattman* no. 42 dan diambil filtratnya. Filtrat yang diperoleh ditambahkan larutan HCl 1 M secara bertahap hingga terbentuk gel SiO₂ dan dihentikan ketika pH larutan mencapai rentang 6,5 – 7. Gel SiO₂ yang terbentuk di *aging* selama ± 24 jam untuk menguatkan jejaring polimer yang terbentuk. Gel SiO₂ dipisahkan dengan cara disaring dengan kertas saring *whattman* no. 42 dan diambil residunya. Residu berupa gel SiO₂ dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam. Gel SiO₂ yang diperoleh dari perlakuan dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 6 jam. Konsentrasi NaOH dengan rendemen SiO₂ hasil sintesis tertinggi digunakan untuk mempelajari waktu ekstraksi (waktu refluks) dengan variasi waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam melalui tahapan prosedur yang sama.

Karakterisasi SiO₂ hasil sintesis

Karakterisasi SiO₂ hasil sintesis dilakukan dengan XRF, XRD, dan PSA. XRF digunakan untuk mengetahui jenis dan jumlah komposisi unsur yang terkandung dalam SiO₂ hasil sintesis sehingga juga dapat memberikan informasi tentang zat pengotor dalam SiO₂ hasil sintesis. XRD digunakan untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk pada SiO₂ hasil sintesis. PSA digunakan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel serta ukuran partikel rata – rata SiO₂ hasil sintesis.

Perhitungan rendemen

Adapun rumus perhitungan rendemen adalah sebagai berikut :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat sampel hasil sintesis}}{\text{Berat sampel awal}} \times 100 \% \quad (1)$$

Hasil dan Pembahasan

Sintesis SiO₂ dari bahan dasar *red mud*

Red mud yang digunakan terlebih dahulu dianalisis menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi penyusun *red mud*. Hasil analisis disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi penyusun *red mud* PT. Indonesia Chemical Alumina (ICA)

Unsur	Berat Relatif (%)	Oksida	Berat Relatif (%)
Fe	81,07	Fe ₂ O ₃	74,61
Al	6,1	Al ₂ O ₃	8,3
Si	5,6	SiO ₂	9,4
Ti	3,15	TiO ₂	3,71
Ca	2,63	CaO	2,6

Tabel 1. Menunjukkan komposisi utama *red mud* adalah besi oksida (Fe₂O₃), alumina (Al₂O₃), dan silika (SiO₂). Salah satu penyusun utama *red mud* adalah SiO₂. Sintesis SiO₂ dilakukan dengan preparasi terhadap sampel *red mud* yang akan digunakan untuk sintesis. Preparasi *red mud* dilakukan dengan mencuci *red mud* dengan akuades untuk menghilangkan senyawa pengotor seperti senyawa alkali dan alkali tanah yang larut dalam air (Atkins, *et al.*;2010). Hal ini juga bertujuan untuk menurunkan sifat alkalinitas dari *red mud*. *Red mud* yang sudah bersih dan dikeringkan. *Red mud* yang sudah kering dipisahkan dari Fe₂O₃ menggunakan magnet neodmium.

Red mud yang sudah dipisahkan dari Fe₂O₃, diayak dengan ayakan 100 mesh. Serbuk *red mud* hasil ayakan dicuci dan direndam dengan akuades panas suhu 40°C±2 jam. Penggunaan akuades panas bertujuan menghilangkan pengotor yang melekat (zat warna, tanah liat, pasir, dan debu) dan juga untuk mengekstrak bahan organik yang larut dalam akuades sehingga tidak mengganggu dalam proses sintesis SiO₂ (Sukirno, *et al.*;2017). Bahan organik akan semakin banyak larut pada akuades panas sehingga semakin panas akuades akan semakin banyak bahan organik yang larut (Retnosari, 2013). Selain itu, penggunaan akuades panas bertujuan untuk melarut senyawa alkali dan alkali tanah yang tidak larut dengan akuades pada perlakuan sebelumnya. Hal ini karena kelarutan akan semakin meningkat seiring dengan peningkatan suhu (Chang, 2005). *Red mud* hasil pencucian, dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C selama 10 jam. *Red mud* hasil preparasi ditunjukkan oleh Gambar 1.

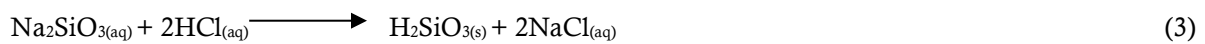


Gambar 1. Red mud sebelum preparasi (a), red mud setelah preparasi (b)

Red mud hasil preparasi ditambahkan dengan NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) dan direfluks selama 2 jam disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 350 rpm. NaOH dipilih sebagai reagen pelarut karena termasuk ke dalam basa kuat sehingga dapat melarutkan SiO₂ membentuk natrium silikat (Na₂SiO₂) dan proses sintesis dapat berlangsung dengan efektif (Ramadhan, *et al.*; 2021). Reaksi yang terjadi ditampilkan pada persamaan reaksi (2).



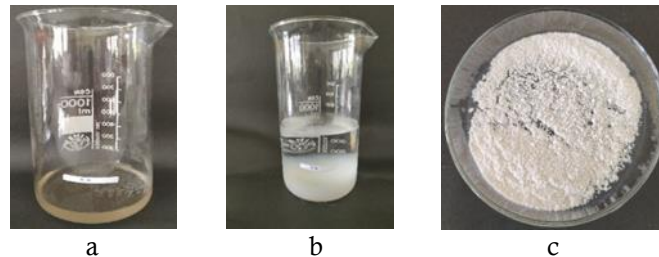
Hasil refluks kemudian disaring dan diambil filtratnya. Filtrat yang diperoleh ditambahkan HCl 1 M hingga pH mencapai rentang 6,5 – 7. Penambahan bertujuan untuk membentuk asam silikat bebas (H₂SiO₃). Penambahan HCl pada natrium silikat menyebabkan terjadinya pertukaran ion Na⁺ dan H⁺ sehingga menghasilkan gel yang bisa memisahkan partikel SiO₂ yang terikat pada molekul air yaitu silika hidrosol atau asam silikat (H₂SiO₃) (Sukirno, *et al.*; 2017). Reaksi yang terjadi ditampilkan pada persamaan reaksi (3).



Gel yang diperoleh di *aging* selama ± 24 jam untuk memperkuat jejaring polimer yang terbentuk. Gel yang terbentuk dipisahkan dengan cara disaring, dan diambil residunya berupa gel SiO₂. Gel SiO₂ yang diperoleh dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam serta melarutkan NaCl (Andarini, *et al.*; 2018). Pencucian dilakukan dengan tetap menjaga pH gel SiO₂ berada pada keadaan netral. Gel SiO₂ yang diperoleh dari perlakuan dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 6 jam. Proses ini menyebabkan silika hidrosol (H₂SiO₃) mengalami dehidrasi dan membentuk silika xerogel (SiO₂) (Meidinariasty, *et al.*; 2020). Reaksi yang terjadi adalah :



Tahapan pembentukan SiO₂ dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Proses pembentukan SiO₂ : filtrat Na₂SiO₃ (a), gel SiO₂ (b), silika xerogel (SiO₂) (c)

Rendemen SiO₂ hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Rendemen SiO₂ hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH

Konsentrasi NaOH (M)	Massa hasil sintesis (g)	Rendemen (%)
2,5	0,4484	1,79
5	0,6473	2,59
7,5	0,6018	2,40

Tabel 2. Menunjukkan rendemen tertinggi SiO₂ hasil sintesis pada konsentrasi NaOH 5 M sebesar 2,59 % dan terendah pada konsentrasi NaOH pada konsentrasi NaOH 2,5 M sebesar 1,79 %. Hal ini karena NaOH yang terlalu rendah menyebabkan pembentukan Na₂SiO₃ relatif rendah. Tetapi, jika konsentrasi NaOH yang digunakan terlalu tinggi jumlah SiO₂ yang terbentuk juga menurun dikarenakan viskositas NaOH meningkat sehingga menyebabkan pembentukan Na₂SiO₃ berkurang (Harimu, *et al.*; 2019). Hal ini yang menyebabkan rendemen pada konsentrasi NaOH 7,5 M mengalami penurunan menjadi 2,40 %.

Konsentrasi NaOH 5 M dipilih untuk mengetahui waktu ekstraksi optimum. Hal ini karena pada konsentrasi NaOH 5 M memiliki rendemen tertinggi yang mana rendemen yang tinggi menunjukkan hasil ekstrak yang akan diperoleh akan semakin banyak (Wijaya, *et al.*; 2018). Rendemen untuk variasi waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam disajikan dalam Tabel 3.

Tabel 3. Rendemen SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi

Variasi waktu (Jam)	Massa hasil sintesis (g)	Rendemen (%)
2	0,6473	2,59
3	0,5233	2,09
4	0,3373	1,35

Tabel 3. Menunjukkan semakin lama waktu ekstraksi jumlah massa SiO₂ hasil sintesis semakin berkurang. Hal ini karena waktu ekstraksi SiO₂ sudah mencapai waktu optimum yaitu pada waktu ekstraksi 2 jam. Waktu ekstraksi yang terlalu lama menyebabkan kelarutan silika hidrogel meningkat, tapi pada saat yang sama pelarut yaitu NaOH juga mengalami kejenuhan sehingga SiO₂ yang dihasilkan semakin berkurang. Selain itu, waktu ekstraksi yang semakin lama menyebabkan terjadinya degradasi membentuk Na₂O yang mengendap pada residu, sehingga SiO₂ dalam filtrat yang diambil berkurang (Aman, 2013).

Karakteristik SiO₂ hasil sintesis

Komposisi SiO₂ hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Komposisi hasil sintesis SiO₂ untuk variasi konsentrasi NaOH

Komposisi senyawa	Persen berat relatif komponen pada variasi konsentrasi NaOH		
	NaOH 2,5 M	NaOH 5 M	NaOH 7,5 M
Al ₂ O ₃	57,1 %	58,1 %	33,6 %
SiO₂	35,7 %	27,2 %	47,6 %
P ₂ O ₅	3,4 %	8,5 %	6,9 %
CaO	1,2 %	2,3 %	5,91 %
TiO ₂	0,096 %	0,16 %	0,39 %

Tabel 4. Menunjukkan komposisi SiO₂ hasil sintesis secara berurutan untuk konsentrasi NaOH 2,5 M; 5 M; dan 7,5 M adalah 35,7 % ; 27,2 %; dan 47,6 %. Komposisi SiO₂ meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH. Peningkatan terjadinya karena karena molaritas berfungsi sebagai *driving force* pada pembentukan kristal (Fitri, *et al.*; 2021). Pada konsentrasi NaOH 5 M terjadi penurunan komposisi SiO₂, hal ini karena NaOH bereaksi dengan senyawa lain seperti Al₂O₃ (Ulfa, *et al.*; 2020). Selain itu, penurunan juga dapat terjadi karena pencucian pada SiO₂ yang tidak maksimal sehingga masih terdapat asam, alkali, dan garam pada SiO₂ hasil sintesis (Fitri, *et al.*; 2021). Selain itu, komposisi SiO₂ juga dipengaruhi oleh konsentrasi HCl. Pada penelitian ini konsentrasi HCl yang digunakan adalah 1 M. Konsentrasi HCl yang kecil akan menghasilkan sedikit gel SiO₂ serta membutuhkan waktu yang lama dikarenakan konsentrasi HCl yang kecil menyebabkan konsentrasi proton pada HCl rendah sehingga jumlah asam silikat yang terbentuk juga berkurang (Maulida, *et al.*; 2017). Konsentrasi HCl yang kecil juga berpengaruh terhadap kelarutan Al dan Fe, di mana semakin tinggi konsentrasi HCl maka kelarutan Al dan Fe juga akan semakin meningkat (Anugerah dan Mamby, 2020).

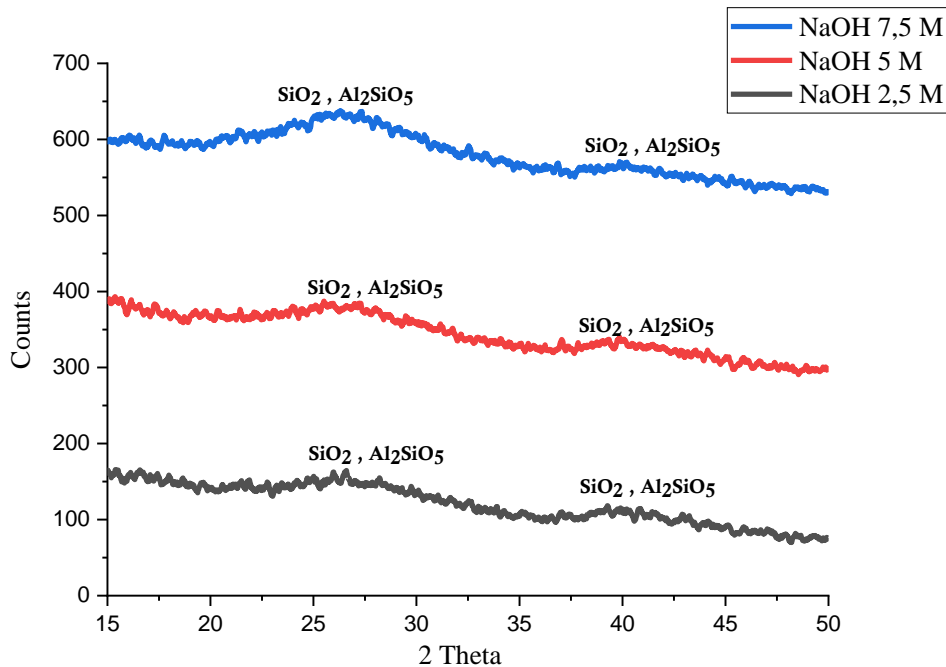
Komposisi SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi (2 jam, 3 jam, dan 4 jam) disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Komposisi SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi

Komposisi senyawa	Persen berat relatif komponen pada variasi waktu ekstraksi		
	2 jam	3 jam	4 jam
Al ₂ O ₃	58,1	48,2	39
SiO ₂	27,2	38,8	48,1
P ₂ O ₅	8,5	8,7	9,2
CaO	2,3	1,77	2,11
TiO ₂	0,16	0,18	0,14

Tabel 5. Menunjukkan komposisi SiO_2 untuk variasi waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam dengan konsentrasi NaOH 5 M secara berurutan adalah 27,2 %; 38,8 %; dan 48,1 % . Hal ini menunjukkan semakin lama waktu ekstraksi jumlah SiO_2 yang diperoleh akan semakin meningkat. Peningkatan terjadi karena semakin lama waktu ekstraksi maka kontak antara ekstrak dan zat terlarut semakin lama juga, sehingga SiO_2 terlarut dalam ekstrak juga akan semakin banyak (Fitri, *et al.*; 2021).

Fasa kristal SiO_2 diamati pada sudut $2\theta = 10^\circ - 90^\circ$. Hasil analisis XRD untuk variasi konsentrasi NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5 M) disajikan pada Gambar 3. Dari Gambar 3 tidak terdapat puncak – puncak difraksi yang tajam sehingga fasa yang terbentuk adalah fasa amorf (Hayati dan Astuti, 2015). Fasa amorf yang terbentuk terjadi karena ketika SiO_2 dilarutkan dalam NaOH menyebabkan ikatan SiO_2 teronggok membentuk Na_2SiO_3 sehingga saat ditambahkan HCl yang diperoleh adalah silika gel yang dikeringkan menjadi silika xerogel (SiO_2) masih dalam struktur amorf (Silahooy, 2020).



Gambar 3. Hasil analisis XRD SiO_2 hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH

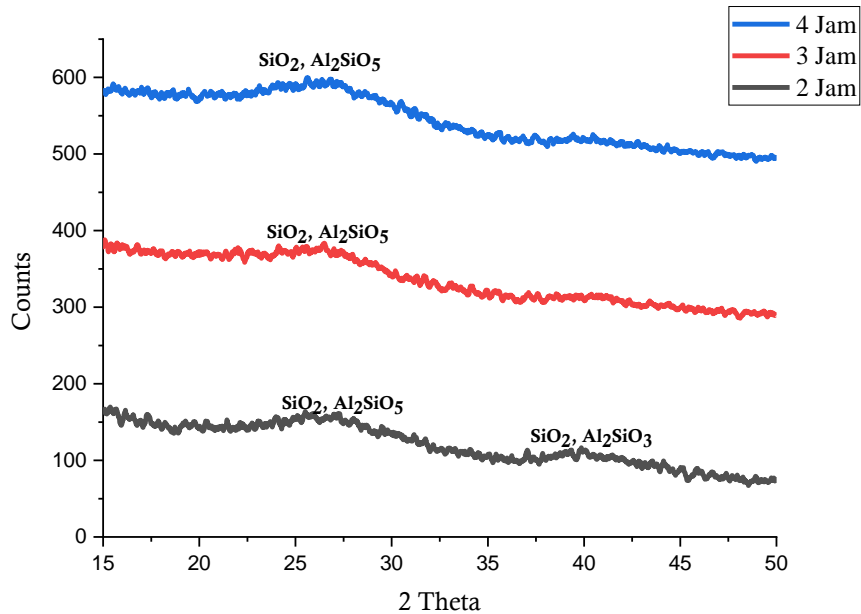
Tabel 6. Jenis mineral dan sudut 2θ serta nilai FoM SiO_2 hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH

Konsentrasi NaOH	Jenis mineral	Sudut 2θ	Figure of Merit (FoM)
2,5 M	SiO_2	26.20, 26.67, 40.02, 40.19, 40.30, 40.43, 40.72, 40.99	0,893161
	Al_2SiO_3 (Kyanite)	26.02, 26.67, 40.02, 40.43, 40.83, 40.99	0,879821
5 M	SiO_2	26.12, 26.69, 26.89, 40.22, 40.35, 40.61, 40.79	0,904065
	Al_2SiO_3 (Kyanite)	26.53, 40.35, 40.61, 40.79	0,874399
7,5 M	SiO_2	26.13, 26.24, 26.80, 26.93, 40.13, 40.34, 40.51, 40.75, 40.92	0,881713
	Al_2SiO_3 (Kyanite)	26.57, 40.13, 40.51, 40.92	0,884776

Tabel 6 menunjukkan jenis mineral, sudut 2θ , dan nilai FoM SiO_2 hasil sintesis. Karakterisasi jenis mineral dilakukan menggunakan perangkat lunak *Match 2* dengan cara pencocokan data *Crystallography Open Database* (COD), kemudian mengambil nilai Figure of Merit (FoM) yang paling kecil 0,6. Pencocokan data menunjukkan dua jenis mineral yaitu SiO_2 dan *Kyanite* (Al_2SiO_5). Nilai FoM yang berbeda untuk setiap konsentrasi NaOH menunjukkan bahwa setiap konsentrasi NaOH tidak menghasilkan satu jenis kristal yang murni sama fasa dengan *database* yang digunakan sebagai acuan. FoM adalah nilai yang menunjukkan kemiripan grafik sampel dengan *database*. Grafik sampel dapat dikatakan sama dengan *database* jika memiliki

nilai FoM sama dengan 1 (Pratama dan Muttaqin, 2017). Berdasarkan pernyataan tersebut maka berdasarkan nilai FoM mineral yang paling mendekati *database* untuk konsentrasi NaOH 2,5 M; 5 M; dan 7,5 M secara berurut adalah SiO₂, SiO₂, *Kyanite*.

Hasil analisis XRD untuk variasi waktu ekstraksi (2 jam, 3 jam, dan 4 jam) disajikan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 menunjukkan puncak difraksi yang melebar sehingga fasa yang terbentuk adalah fasa amorf (Hayati dan Astuti, 2015).



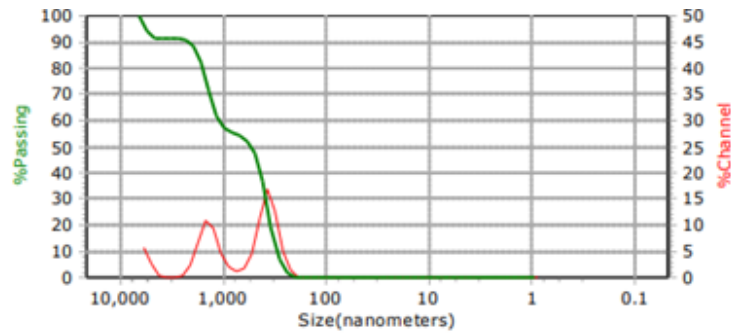
Gambar 4. Hasil analisis XRD SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi

Tabel 7. Jenis mineral dan sudut 2θ serta nilai FoM SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi

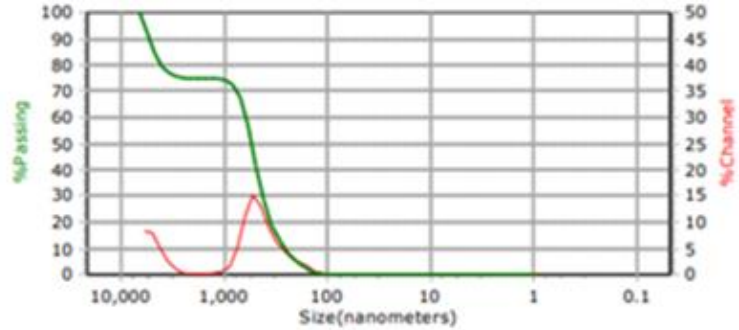
Waktu Ekstraksi	Jenis Mineral	Sudut 2θ	Figure of Merit (FoM)
2 Jam	SiO ₂	26.12, 26.69, 26.89, 40.22, 40.35, 40.61, 40.79	0,904065
	Al ₂ SiO ₅ (<i>Kyanite</i>)	26.53, 40.35, 40.61, 40.79	0,874399
3 Jam	SiO ₂	26.19, 26.39, 26.69, 26.99	0,894566
	Al ₂ SiO ₅ (<i>Kyanite</i>)	26.04	0,869062
4 Jam	SiO ₂	26.13, 26.77	0,890259
	Al ₂ SiO ₅ (<i>Kyanite</i>)	26.00, 26.54	0,881764

Tabel 7 menunjukkan jenis mineral, sudut 2θ, dan nilai FoM SiO₂ hasil sintesis. Berdasarkan analisis menggunakan *Match 2* jenis mineralnya adalah SiO₂ dan *Kyanite* (Al₂SiO₅). Nilai FoM untuk variasi waktu ekstraksi menunjukkan nilai yang berbeda untuk setiap waktu ekstraksi sehingga untuk variasi konsentrasi tidak menghasilkan satu jenis kristal yang murni sama fasa dengan *database*. Kemiripan grafik sampel dengan grafik *database* dapat dilihat dari nilai FoM yang mana grafik sampel dapat dikatakan sama jika nilai FoMnya sama dengan satu (Pratama dan Muttaqin, 2017). Berdasarkan pernyataan tersebut maka jenis mineral yang mendekati *database* adalah SiO₂ untuk waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam.

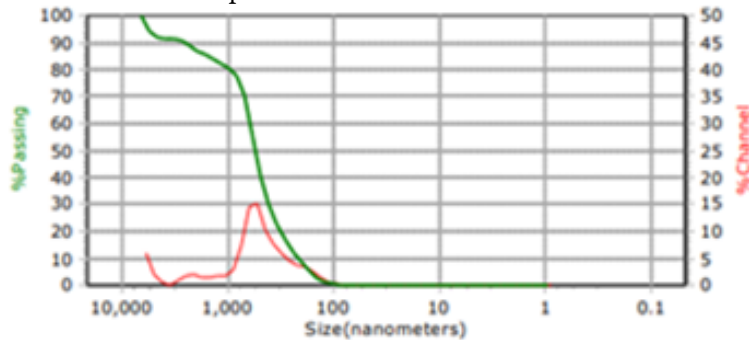
Distribusi ukuran partikel SiO₂ untuk konsentrasi NaOH 2,5 M disajikan pada Gambar 5. Distribusi ukuran partikel SiO₂ untuk konsentrasi NaOH 5 M disajikan pada Gambar 6. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk konsentrasi NaOH 7,5 M disajikan pada Gambar 7.



Gambar 5. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk konsentrasi NaOH 2,5 M



Gambar 6. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk konsentrasi NaOH 5 M



Gambar 7. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk konsentrasi NaOH 7,5 M

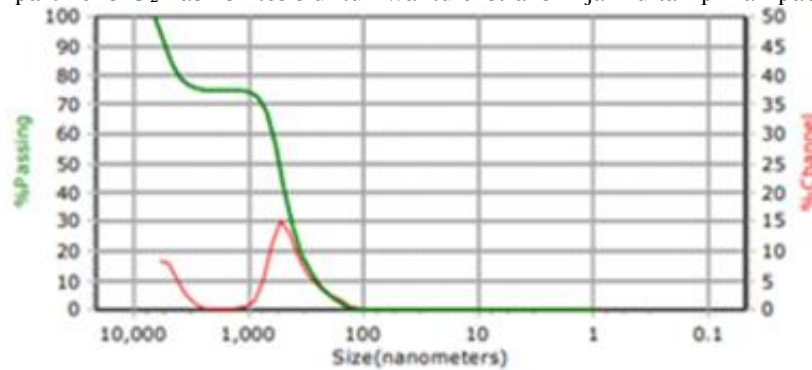
Tabel 8. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH

Konsentrasi NaOH	Ukuran partikel (nm)	Persen (%)	Ukuran rata – rata partikel (nm)	PDI
2,5 M	<100	-	371	0,308
	100 – 400	19,56		
	401 – 700	34,44		
	701 – 1000	3,21		
	>1000	42,79		
5 M	<100	-	464	1,896
	100 – 400	19,04		
	401 – 700	48,60		
	701 – 1000	6,61		
	>1000	25,75		
7,5 M	<100	-	493	0,345
	100 – 400	22,63		
	401 – 700	47,59		
	701 – 1000	10,32		
	>1000	19,46		

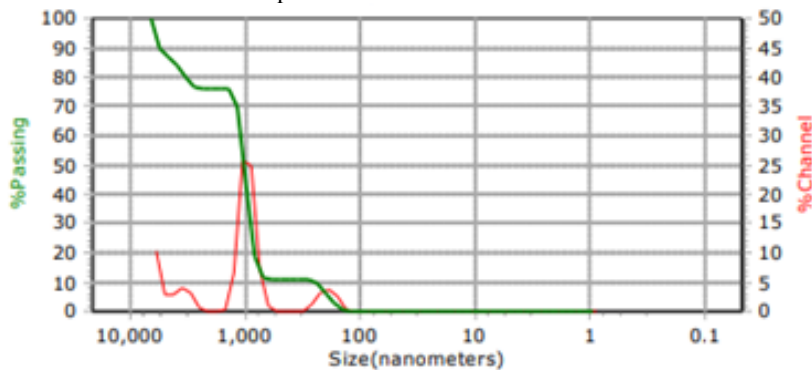
Semakin tinggi konsentrasi NaOH ukuran partikel SiO₂ akan semakin besar. Hal ini disebabkan oleh kavitasi pada sonikasi. Kavitasi merupakan energi yang digunakan untuk menghancurkan partikel maupun ikatan atom pada larutan. Semakin tinggi konsentrasi NaOH maka akan semakin sulit energi kavitasi untuk menghancurkan partikel (Desianti, *et al.*; 2018). Hal ini karena semakin tinggi konsentrasi NaOH maka viskositasnya juga akan semakin meningkat. Peristiwa ini terjadi karena konsentrasi menyatakan banyak partikel zat terlarut dalam setiap volume, sehingga semakin tinggi konsentrasi semakin banyak partikel yang larut sehingga menyebabkan gesekan antar partikel semakin banyak dan viskositas semakin besar (Ismayana, *et al.*; 2017).

Distribusi partikel untuk konsentrasi NaOH 2,5 M dan 7,5 M dikategorikan masuk dalam distribusi ukuran yang homogen karena memiliki nilai *Polidiversity Index* (PDI) secara berurut yaitu 0,308 dan 0,345, sedangkan distribusi ukuran partikel untuk konsentrasi NaOH 5 M termasuk dalam distribusi ukuran partikel yang heterogen karena memiliki nilai PDI 1,846. PDI adalah nilai yang mendefinisikan distribusi partikel termasuk dalam distribusi partikel yang homogen atau heterogen, yang mana jika termasuk distribusi yang homogen memiliki nilai PDI pada rentang 0,01 sampai dengan 0,5 – 0,7 sedangkan jika distribusi partikel termasuk dalam distribusi partikel yang heterogen jika memiliki nilai PDI > 0,7 (Hasan dan Sinulingga, 2017).

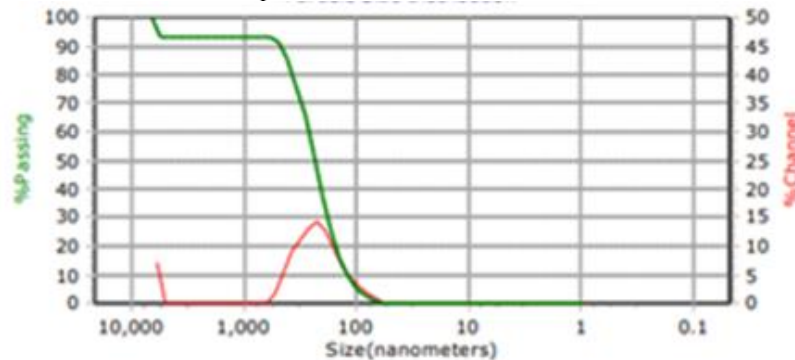
Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu ekstraksi 2 jam ditampilkan pada Gambar 8. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu ekstraksi 3 jam ditampilkan pada Gambar 9. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu ekstraksi 4 jam ditampilkan pada Gambar 10.



Gambar 8. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu ekstraksi 2 jam



Gambar 9. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu ekstraksi 3 jam



Gambar 10. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk waktu 4 jam

Tabel 9. Distribusi ukuran partikel SiO₂ hasil sintesis untuk variasi waktu ekstraksi

Waktu Ekstraksi	Ukuran partikel (nm)	Persen (%)	Ukuran rata – rata partikel (nm)	PDI
2 Jam	<100	-	464	1,896
	100 – 400	19,04		
	401 – 700	48,60		
	701 – 1000	6,61		
	> 1000	25,75		
3 Jam	<100	-	971	0,776
	100 – 400	10,76		
	401 – 700	0,86		
	701 – 1000	32,05		
	>1000	56,33		
4 Jam	<100	2,58	226,7	0,0361
	100 – 400	74,11		
	401 – 700	16,24		
	701 – 1000	-		
	>1000	7,07		

Peristiwa ini menunjukkan semakin lama waktu ekstraksi maka ukuran partikel akan semakin kecil. Hal ini semakin lama waktu ekstraksi maka semakin pula waktu pengadukan sehingga ukuran partikel akan semakin kecil karena aglomerasi partikel terpecah. Selain itu, semakin lama waktu pengadukan juga memperbesar intensitas molekul pelarut untuk bersentuhan dengan partikel terlarut sehingga ukuran partikel akan semakin kecil (Chang, 2005). Tetapi, ukuran rata – rata partikel pada waktu ekstraksi 3 jam lebih besar dibandingkan waktu ekstraksi 2 jam, hal ini terjadi karena adanya aglomerasi. Aglomerasi adalah pengumpulan material – material halus yang saling saling menempel satu sama lain menjadi material yang lebih besar (Sharfina, *et al.*; 2015). Aglomerasi dapat terjadi karena ukuran partikel yang semakin kecil meyebabkan energi pada permukaan tidak stabil, sehingga partikel satu dan lainnya saling berikatan untuk kembali stabil dan bergabungnya partikel ini menyebabkan aglomerasi (Kiswanto, 2020). Nilai *Polidiversity Index* (PDI) untuk waktu ekstraksi 2 jam dan 3 jam secara berurut adalah 1,846 dan 0,776 sehingga termasuk dalam kategori distribusi ukuran partikel heterogen sedangkan pada waktu ekstraksi 4 jam termasuk dalam kategori distribusi ukuran partikel homogen karena memiliki nilai PDI 0,0361.

Simpulan

Rendemen tertinggi sebesar 2,59 % pada konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi 2 jam. Kemurnian tertinggi pada konsentrasi NaOH 7,5 M yaitu sebesar 47,6 % dan untuk waktu ekstraksi kemurnian tertinggi sebesar 48,1 % pada waktu ekstraksi 4 jam. Fasa silika hasil sintesis untuk variasi konsentrasi NaOH (2,5 M; 5 M; dan 7,5M) dan waktu ekstraksi (2 jam, 3 jam, dan 4 jam) adalah fasa amorf yang terdiri atas dua jenis mineral yaitu SiO₂ dan kyanite (Al₂SiO₅). Konsentrasi NaOH 2,5 M; 5 M; dan 7,5 M memiliki ukuran rata – rata partikel secara berurut yaitu 371 nm, 464 nm, dan 493 nm. Sedangkan pada waktu ekstraksi 2 jam, 3 jam, dan 4 jam memiliki ukuran rata – rata partikel secara berurut adalah 464 nm, 971 nm, dan 226,7 nm. Sintesis SiO₂ optimum pada konsentrasi NaOH 7,5 M dan waktu ekstraksi 4 jam.

Daftar Referensi

- Aman, P.S.U., 2013, Pengaruh Suhu dan Waktu Pada Ekstraksi Silika Dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batu Bara, Prosiding STNK TOPI 2013, 27 November 2013, Pekanbaru, Indonesia.
- Andarini, N., Haryati, T., dan Yulianti, R., 2018, Pemurnian Silikon (Si) Hasil Reduksi Silika Dari *Fly Ash* Batubara, Berkala Saintek, 4(1): 49-54.
- Anugerah, R.I. dan Mamby, H.E., 2020, Pelindian Alumina Dan Besi Oksida Bijih Bauksit Kalimantan Barat Dengan Metode Pelindian Asam Klorida, *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 16(1) : 1 – 13.
- Atkins, P.W., Overton, T.L., Rourke, J.P., Weller, M.T., dan Armstrong, F.A., 2010, *Shriver And Atkins' Inorganic Chemistry*, Fifth Edition, Oxford University Press, Great Britain.

- Chang, R., 2005, *Kimia Dasar : Konsep – Konsep Inti*, Jilid 2, Edisi 3, Erlangga, Jakarta.
- Desianti, I., Rahmaniah, dan Zelviani, S., 2018, Karakterisasi Nanosilika Dari Abu Terbang (*Fly Ash*) PT. Bosowa Energi Jeneponto Dengan Menggunakan Metode *Ultrasonic*, *JFT*, 2(5) : 101-108.
- ESDM, 2016, *Dampak Hilarisasi Bauksit Terhadap Perekonomian Regional Provinsi Kalimantan Barat*, Pusat Data & Teknologi Informasi Energi & Sumber Daya Mineral Kementerian Energi & Sumber Daya Mineral.
- Fitri, M.A., Syahriyah, F.A., dan Rahkadima, Y.T., 2021, Penggunaan Tanah Sebagai Bahan Baku Pembuatan Silika, *Jurnal Teknik Kimia dan Lingkungan*, 5(1) : 50 – 54.
- Hayati, R. dan Astuti, 2015, Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitasi, *Jurnal Fisika Unand*, 4(3) : 282 – 287.
- Hardyanti, I.S., Nurani, I., Septyaningsih, D., Hp, H., Apriliani, E., dan Prastyo, E.A., 2017, Pemanfaatan Silika (SiO_2) Dan Bentonit Sebagai Adsorben Logam Berat Fe Pada Limbah Batik, *Jurnal Sains Terapan*, 3(2) : 37 - 41.
- Harimu, L., Rudi, L., Haetami, A., Santoso, G. A. P., dan Asriyanti, 2019, Studi Variasi Konsentrasi Naoh Dan H_2SO_4 Untuk Memurnikan Silika Dari Abu Sekam Padi Sebagai Adsorben Ion Logam Pb^{2+} Dan Cu^{2+} , *Indo.J.Chem.Res.*, 6(2): 81 – 87.
- Ismayana, A., Maddu, A., Saillah, I., Mahfuq, E., dan Indrasti, N.S., 2017, Sintesis Nanosilika Dari Abu Ketel Industry Gula Dengan Metode Ultrasonikasi Dan Penambahan Surfaktan, *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, 27(2): 228-234.
- Khairul, M.A., Zanganeh, J. dan Moghtaderi, B., 2019, The Composition, Recycling, and Utilisation of Bayer Red Mud, *Elsevier*, 141:98-483.
- Kiswanto, H., 2020, Analisis Perubahan Struktur Kristal Dan Distribusi Kation Cobalt Ferrite Akibat Substitusi Zinc, *Jurnal Ilmu Dan Inovasi Fisika*, 4(2) : 155 – 163.
- Lambantoruan, P. dan Yulianti, E., 2016, Pengaruh Suhu Terhadap Viskositas Minyak Pelumas (OLI), *Saintmatika*, 13(2): 26 – 34.
- Maulidia, Ginting, M., dan Wici, H., 2017, Ekstraksi Abu Vulkanik Sinabung Untuk menghasilkan Silika Gel, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 6(3) : 41 – 46.
- Meidinaristy, A., Purnamasari, I., Zamhari, M., Fadarina, Permadi, J., Fadillah, N.Z, dan Lutfhiah, S., 2020, Pengaruh Variasi Jenis Abu Boiler Dan Konsentrasi HCl Terhadap Sifat Fisis Silika Gel Hasil Sintesis, *Jurnal Kinetika*, 11(3) : 28 – 33.
- Pratama, T.N. dan Muttaqin, A., 2017, Pengaruh Sumber Kation NaOH Dan KOH Terhadap Jenis Zeolite Sintesis Dari Abu Dasar Batubara Dengan Metode Peleburan Alkali Hidrotermal, *Jurnal Fisika Unand*, 6(2) : 126 – 131.
- Ramadhani, I., Oktavia, B., Putra, A., dan Sanjaya, H., 2021, Penentuan umum pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) menggunakan material dasar silika alam dan natrium hidroksida (NaOH), *Periodic*, 10(2): 22 – 27.
- Retnosari, A., 2013, Ekstraksi Dan Penentuan Kadar Silika (SiO_2) Hasil Ekstraksi Dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batubara, (*Skripsi*).
- Sharifina, E., Nuryanto, R., dan Putra, T.Y.S.P., 2015, Pengaruh Variasi Milling Terhadap Karakter Produk Sintesis LiMn_2O_4 Dengan Reaksi Padat – Padat, *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 18 (1): 7 – 12.
- Silahooy, S., 2020, Analisis Serbuk Silika Amorf (SiO_2) Berbahan Dasar Pasir, *Science. Map J*, 2(2) : 75 – 78.

- Sukirno, E., Shofiyani, A., dan Nurlina, 2017, Pembuatan Membran Komposit Si/PVA/Peg Berbahan Dasar Silika Batu Padas Singkup Untuk Menurunkan Konsentrasi Ion Fosfat Dalam Larutan, *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 6(4):1-9.
- Sutar, H., 2014, Progress of Red Mud Utilization : An Overview, *American Chemical Science Journal*, 4(3): 79-255.
- Ulfa, Z.M., Manurung, P., dan P., Karo. 2020, Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Optimum Pada Pembuatan Nanosilika Dari Batu Apung, *Jurnal Teori Dan Aplikasi Fisika*, 8(1): 11-16.
- Yusuf, Y., Almukarrama, Permatasari, H.A., Januariyasa, I.K., Muarif, M.F., Anggraini, R.M., dan Wati,R., 2021. *Karbonat Hidroksiapatit Dari Bahan Alam: Pengertian, Karakterisasi, Dan Aplikasi*. Gadjah Mada Universitas Press.Yogyakarta.