



Pemurnian dan Karakterisasi Silika Menggunakan Metode Purifikasi (Leaching) dengan Variasi Waktu *Milling* pada Pasir Kuarsa Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso

Purification and Characterization of Silica Using Purification (Leaching) Method with Variations of Milling Time from Quartz Sand on Pasir Putih Village South Pamona Sub-district of Poso District

Darmawati Darwis*), Rany Khaeroni, dan Iqbal

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA Universitas Tadulako
Jln. Soekarno Hatta Km. 9 Bumi Kaktus, Tadulako, Palu

ABSTRACT

The research on purification and characterization of silica from quartz sand on Pasir Putih village South Pamona sub-district of Poso has been carried out. This research aims to obtain high-purity silica (SiO_2) using purification (leaching) method with various milling times for 2-5 hours. Before purification, the quartz sand has been mashed using milling ball. Then soaked it in 2M HCl for 12 hours and rinsed with aquades to pH neutral. Afterwards, each sample was characterized using XRF and XRD. Results of XRF analysis show that the highest purity of silica obtained from the 5 hour-milled sample is 99,90%. Results of XRD analysis on the sample matched with software Search Match and JCPDS data indicate that the hexagonal systems of the crystal's structure of silica including the diffraction plane spacing, lattice constant, and the degree of crystalline are 3,35 Å, $a = b = d = 4,90$ Å, $c = 5,44$ Å, dan 80,11% respectively.

Keywords: *Purification (leaching) method, silica, and crystal's structure*

ABSTRAK

Penelitian tentang pemurnian dan karakterisasi silika pada pasir kuarsa Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kadar kemurnian silika (SiO_2) yang tinggi menggunakan metode purifikasi (*leaching*) dengan variasi waktu *milling* selama 2-5 jam. Sebelum pemurnian, pasir kuarsa dihaluskan dengan menggunakan *ball milling*. Selanjutnya direndam dalam larutan HCl 2 M selama 12 jam lalu dibersihkan dengan *aquades* hingga pH netral. Sesudah itu, setiap sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRF dan XRD. Dari hasil karakterisasi XRF diperoleh kadar kemurnian silika tertinggi terdapat pada sampel dengan waktu *milling* 5 jam (99,90%). Kemudian hasil karakterisasi XRD pada sampel tersebut memiliki struktur kristal dengan sistem kristal *hexagonal*, yang meliputi jarak bidang difraksi, konstanta kisi, dan derajat kristalin ketika dicocokkan dengan *software Search Match* dan data JCPDS ialah berturut-turut 3,35 Å, $a = b = d = 4,90$ Å, $c = 5,44$ Å, dan 80,11%.

Kata Kunci: *Metode purifikasi (leaching), silika, dan struktur kristal*

LATAR BELAKANG

Salah satu energi terbarukan yang memiliki potensi untuk dapat menggantikan energi fosil adalah energi surya yang sumber energinya memanfaatkan radiasi matahari. Energi radiasi matahari ini dapat diubah menjadi arus listrik dengan menggunakan panel surya yang bahan bakunya terbuat dari bahan semikonduktor (Halme, 2002). Bahan semikonduktor yang banyak digunakan dan mudah diperoleh saat ini ialah silikon. Namun, silikon sangat jarang ditemukan unsur bebasnya (silikon murni), hanya dalam bentuk senyawa silika (SiO_2), sehingga untuk menghasilkan silikon yang murni, maka diperlukan kemurnian silika yang tinggi pula. Silika yang dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan panel surya harus mempunyai kemurnian sebesar 99,99% (Stanitski, 2003).

Metode pemurnian yang dilakukan untuk mendapatkan silika yang murni yaitu metode purifikasi (*leaching*) (Suparsih, 2013). Metode purifikasi (*leaching*) merupakan metode sintesis dengan menggunakan prinsip transfer difusi komponen terlarut dari padatan *inert* ke dalam pelarutnya sehingga dapat mengurangi kandungan unsur-unsur pengotor dalam pasir kuarsa. Menurut Adjiantoro et al., (2016), pelarut yang dapat digunakan untuk menghasilkan

kadar kemurnian silika (SiO_2) yang tinggi ialah larutan HCl.

Pasir kuarsa dapat dengan mudah untuk disintesis atau dimurnikan dalam larutan HCl apabila ukuran partikel pasir kuarsa berukuran nano atau serbuk (Pramudono et al., 2008). Alat yang digunakan untuk mereduksi ukuran partikel silika menjadi serbuk ialah alat *ball milling*. Alat ini dapat mereduksi ukuran partikel dengan menggunakan bola- bola besi yang berputar pada suatu wadah untuk memberikan beban dinamis agar menjadi serbuk (Xiao et al., 2007).

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Indah Ukhtiyani (2017) yaitu mengenai pemurnian silika dari pasir kuarsa di Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso dengan menggunakan metode purifikasi (*leaching*) dan *milling* selama 1 jam menggunakan alat *ball milling* dan diperoleh kadar silika sebesar 99,88%. Hasil pemurnian tersebut belum memenuhi syarat pemurnian yang dibutuhkan untuk bahan baku pembuatan panel surya. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk mengoptimasikan pemurnian dari senyawa silika (SiO_2) dalam pasir kuarsa Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso menggunakan metode purifikasi (*leaching*) dengan variasi waktu *milling* dan mengetahui struktur kristal

dari setiap pasir kuarsa yang telah di *milling*.

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu pasir kuarsa yang berasal dari Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso. Pasir dicuci menggunakan air PDAM hingga bersih dan dikeringkan pada suhu udara normal serta diayak menggunakan ayakan 60 Mesh. Selanjutnya melakukan pemisahan pasir besi menggunakan sebuah magnet.

Setelah pemisahan besi, pasir digiling menggunakan alat *milling ball* yang akan merubah bentuk pasir menjadi serbuk. Alat yang digunakan dalam proses *milling* yaitu *ball milling* KT-6808 MINI-TUMBLER yang telah dimodifikasi. Proses *milling* dilakukan dengan 4 waktu berbeda, yaitu 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 5 jam.

Setelah proses *milling*, setiap pasir kuarsa direndam menggunakan larutan HCl 2 M sebanyak 50 ml selama 12 jam. Kemudian dicuci menggunakan aquades hingga PH sampel kembali netral (PH 7) dan dikeringkan pada suhu udara normal hingga kadar air hilang. Hasil pemurnian berupa silika berwarna putih dan selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan alat XRF dan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN Pemurnian Pasir Kuarsa

Pemurnian yang dilakukan pada setiap sampel pasir kuarsa yang telah digiling pada variasi waktu yang berbeda menghasilkan perubahan warna pada setiap sampel yang awalnya abu-abu menjadi putih. Perubahan warna ini terjadi akibat terlarutnya senyawa pengotor yang terdapat dalam setiap sampel pasir kuarsa ke pelarutnya. Senyawa pengotor yang terlarut akan membentuk koloid dan kemudian koloid tersebut dibuang bersamaan dengan larutan HCl yang merendam pasir kuarsa (Ukhtiyani, 2017).

Hasil XRF (X-Ray Fluorescence)

Hasil XRF diperoleh bahwa persentase senyawa SiO₂ setelah pemurnian lebih tinggi dari sebelum dilakukan pemurnian, hal ini memperlihatkan bahwa metode purifikasi dengan variasi waktu *milling* dapat meningkatkan kemurnian silika (SiO₂), seperti yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Konsentrasi silika tertinggi terdapat pada sampel yang digiling selama 5 jam. Hal ini dikarenakan Pada saat proses *milling*, pasir kuarsa yang terdapat dalam alat *ball milling* akan menjadi halus akibat bola-bola besi yang berputar secara sentrifugal dan saling bertumbukan di dalam dinding tabung *ball milling*, sehingga semakin lama waktu *milling* maka semakin halus

atau kecil ukuran partikel pasir kuarsa (Li et al., 2005).

Tabel 1 Hasil XRF (*X-Ray Fluorescence*) Pasir Kuarsa

Nama Senyawa	Presentase Berat Senyawa Sampel 1 (%)	Presentase Berat Senyawa Sampel 2 (%)	Presentase Berat Senyawa Sampel 3 (%)	Presentase Berat Senyawa Sampel 4 (%)
SiO ₂	99,51	99,89	99,89	99,90
TiO ₂	0,0726	0,0551	0,0625	0,0360
Cr ₂ O ₃	0,0219	-	-	0,0110
Nb ₂ O ₅	0,0141	0,0184	0,0152	0,0163
MoO ₃	0,0107	0,0136	0,0115	0,0131
ZrO ₂	0,0073	-	-	-
P ₂ O ₅	0,224	-	-	-
Fe ₂ O ₃	0,0983	-	-	-
CaO	0,0192	-	-	-
In ₂ O ₃	-	0,0055	0,0053	0,0056

Ket: Sampel 1 = Sebelum *milling* dan pemurnian
Sampel 2 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 2 jam
Sampel 3 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 3 jam
Sampel 4 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 5 jam

(Sumber: Hasil Penelitian Dengan Menggunakan Alat Karakterisasi XRF Laboratorium Terpadu Universitas Hasanudin)

Hasil XRD (*X-Ray Diffraction*)

Hasil karakterisasi XRD pada setiap sampel berupa intensitas difraksi sinar-X yang terdifraksi dan sudut-sudut (2θ) yang terbentuk berkisar antara 21° dan 69° sehingga menyebabkan terjadinya variasi *d-value* (Å). Hasil XRD dianalisis dengan *software Search Match* untuk melihat kesesuaian struktur kristal yang meliputi sistem kristal, konstanta kisi dan bidang difraksi (d_{hkl}).

Data yang diperoleh dari hasil XRD dengan *software Search Match* mengalami pergeseran nilai sudut difraksi dan jarak bidang difraksi pada intensitas tertinggi yang dapat dilihat pada Tabel 2. Namun

nilai sudut dan bidang difraksi (d_{hkl}) dari kedua data ini tidak terlalu berbeda jauh dengan nilai bidang difraksi silika pada fase kuarsa (*quartz*). Menurut Flörke et al. (1986), fase kuarsa dapat ditunjukkan pada bidang difraksi $3,34\text{Å}$ dan $4,26\text{Å}$. Selain itu, menurut Munasir (2013) posisi sudut yang menghasilkan intensitas maksimum dan teridentifikasi sebagai fase kuarsa ialah pada posisi $2\theta = 26,61^\circ$. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa sampel tersebut mengidentifikasi fase kuarsa.

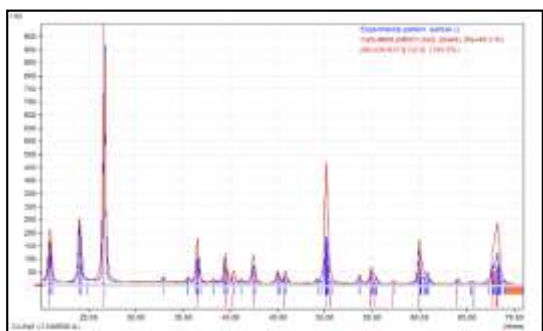
Tabel 2 Hasil pencocokkan data XRD pada *Search Match* berupa jarak bidang difraksi dan sudut difraksi

Sampel	Hasil XRD		Hasil Perhitungan		Search Match	
	d_{hkl} (Å)	2θ (°)	d_{hkl} (Å)	2θ (°)	d_{hkl} (Å)	2θ (°)
1	3,26	27,31	3,30	27,31	3,33	27,29
2	3,31	26,88	3,34	26,88	3,33	26,97
3	3,26	27,31	3,32	27,31	3,26	27,33
4	3,33	26,73	3,35	26,73	3,35	26,66

Ket: Sampel 1 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 2 jam
Sampel 2 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 3 jam
Sampel 3 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 4 jam
Sampel 4 = Sesudah pemurnian dan waktu *milling* 5 jam

Sampel yang mendekati nilai data Flörke et al. dan Munasir yaitu sampel yang digiling selama 5 jam yang nilai bidang difraksi dari data XRD *software Search Match* dan hasil perhitungan berturut-turut $3,33\text{Å}$, $3,34\text{Å}$, dan $3,35\text{Å}$ serta posisi sudut yang dibentuk oleh sampel saat di *milling* 5 jam ialah $2\theta = 26,66^\circ$. Hasil pencocokkan data XRD saat

waktu *milling* 5 jam dengan *software Search Match* dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Grafik hubungan Intensitas terhadap sudut difraksi data sampel serbuk pasir kuarsa setelah pemurnian HCl saat waktu *milling*.

Ket: Garis biru merupakan sampel serbuk, garis merah merupakan data hasil Bank data Search Match.

Hasil pencocokkan data XRD dengan *software Search Match* dari 4 sampel pasir kuarsa dapat diketahui sistem kristal dari senyawa silika (SiO_2) yaitu *hexagonal axes*. Konstanta kisi dalam *hexagonal axes* setiap sampel dapat diketahui jika diketahui juga indeks *Miller* pada setiap sudut difraksi. Nilai indeks *Miller* dari setiap sampel dapat diketahui dengan mencocokkan jarak bidang difraksi hasil XRD dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*), kemudian menggunakan Persamaan 1, Persamaan 2, dan Persamaan 3 untuk menghitung konstanta kisi.

Persamaan menghitung jarak antar bidang (d_{hkl}) dan konstanta kisi pada kristal heksagonal:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad 1$$

$$a = b = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta} \sqrt{h^2 + hk + k^2} \quad 2$$

$$c = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} l \quad 3$$

Dari persamaan tersebut diperoleh nilai konstanta kisi XRD saat waktu *milling* 5 jam hampir sama dengan konstanta kisi pada data JCPDS, yaitu $a = b = d = 4,90 \text{ \AA}$ dan $c = 5,44 \text{ \AA}$ untuk data XRD dan $a = b = d = 4,89 \text{ \AA}$ dan $c = 5,49 \text{ \AA}$ untuk data JCPDS.

Hasil pencocokkan data XRD dengan *software Search Match* juga dapat diketahui derajat kristalin dari setiap sampel dengan cara menghilangkan *background* pada *software Search Match*. Kemudian, dilakukan perhitungan derajat kristalin yang hasilnya seperti pada Tabel 3.

Tabel 3 Hasil perhitungan derajat kristalin dari tiap sampel

No	Sampel	Kristalinitas (%)
1.	Sesudah waktu <i>milling</i> 2 jam	90,40
2.	Sesudah waktu <i>milling</i> 3 jam	85,58
3.	Sesudah waktu	83,11

No	Sampel	Kristalinitas (%)
	<i>milling</i> 4 jam	
4.	Sesudah waktu <i>milling</i> 5 jam	80,11

Dari hasil perhitungan tersebut dapat dilihat adanya penurunan derajat kristalinitas sampel sesudah dimurnikan dari waktu *milling* 2 jam hingga 5 jam. Hal ini disebabkan karena ukuran butir sampel saat waktu *milling* lebih kecil sehingga ketika sampel direndam dalam larutan HCl, maka larutan tersebut akan lebih mudah berdifusi dan mendegradasi ikatan atom yang ada dalam sampel. Menurut Kittel (1996), susunan partikel dalam zat padat menentukan sifat dari zat padat. Perbedaan susunan partikel dalam berbagai zat padat disebabkan oleh perbedaan gaya ikat di antara atom-atom, ion-ion, atau molekul-molekul penyusunnya.

Berdasarkan hasil dari karakterisasi dengan mengidentifikasi 4 sampel pasir kuarsa dapat disimpulkan bahwa pasir kuarsa yang berasal dari Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso memiliki senyawa silika (SiO_2) dengan sistem kristal *hexagonal axes* pada intensitas tertinggi. Hasil XRD dari pasir kuarsa dengan metode pemurnian ini menunjukkan bahwa pasir tersebut berpotensi untuk dapat dijadikan sebagai bahan baku panel surya karena memiliki

kemurnian silika sebesar 99,90%. Selain itu, pemurnian pasir kuarsa menggunakan metode purifikasi (*leaching*) dengan variasi waktu *milling* terbukti dapat meningkatkan kadar kemurnian silika.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih diucapkan kepada laboran jurusan kimia dan fisika FMIPA UNTAD yang telah meminjamkan alat-alat penelitian serta kepada Ristek Dikti yang telah membiayai penelitian ini hingga selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- Adjiantoro, Bintang, and Efendi Mabruhi. (2016). Pengaruh Waktu Pelindian Pada Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi Menggunakan Larutan HCl. *Metalurgi*, 27(1), 1-6.
- Flörke, Ow, and H Schneider. (1986). Verwachsungsbeziehungen Der SiO_2 -Polymorphe Quarz, Cristobalit Und Tridymit In SiO_2 -Reichen Keramischen Werkstoffen. *Paper read at CFI. Ceramic forum international*, 63(7-8), 368-372.
- Halme, Janne. (2002). Dye-Sensitized Nanostructured and Organic Photovoltaic Cells: Technical Review And Preliminary Tests. Master of Science in Technology, Helsinki University of Technology, Finlandia.
- Kittel, C. (1996). Introduction to Solid State Physics. Singapoera: John Willey.
- Li, Bin, Jun Xia, Yang Wang, and Bijun Xie. (2005). Structure characterization and its antiobesity

- of ball-milled konjac flour. *European Food Research and Technology*, 221(6), 814-820.
- Mondadori, A. (1977). Simons & Schuster's Guide to Rocks and Minerals. Milan: Simons & Schuster's Inc.
- Munasir, Triwikantoro, Moch.Zainuri, Darminto. (2013). Ekstraksi Dan Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bancar dengan Metode Basah. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*, 3(2), 12-17.
- Pramudono, Bambang, Septian Ardi Widioko, and Wawan Rustyawan. (2008). Ekstraksi Kontinyu Dengan Simulasi Batch Tiga Tahap Aliran Lawan Arah: Pengambilan Minyak Biji Alpukat Menggunakan Pelarut N-Hexane Dan Iso Propil Alkohol. *Reaktor*, 12(1), 37-41.
- Stanitski, L. (2003). Chemistry in Context. Edited by A. C. t. Society, 4th ed. New York: Mc Graw-Hill.
- Suparsih, T. H. S., Zainuri, M. (2013). Sintesis Silika dari Pasir Alam Tuban. *Jurnal Teknik POMITS*, 1(1), 1-3.
- Ukhtiyani, I. (2017). Purifikasi dan Karakterisasi Silika (SiO₂) Berbasis Pasir Kuarsa dari Desa Pasir Putih Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Tadulako. Palu.
- Xiao, Xu-xian, Ke-long Huang, and Qiong-Qiong He. (2007). Synthesis and characterization of aminated SiO₂/CoFe₂O₄ nanoparticles. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17(5), 1118-1122.