

Pengaruh Waktu Aging pada Sintesis *Nano Particle Geothermal Silica* (NPGS) Menggunakan Metode Sol-Presipitasi

Wisnu Pambudi^{*}, Muh. Wahyu Sya'bani, Warmiati dan Muhammad Ikhwan

Politeknik ATK Yogyakarta, Sewon, Bantul, Yogyakarta

^{*}) Corresponding author: wisnu@atk.ac.id

Abstract

PLTP Dieng produces geothermal mud (silica scaling), and which most dominant content is silica. The silica scaling will be the raw material for sodium silicate. The sodium silicate is then used to make nano silica. This study aimed to determine the effect of aging time on the synthesis of nano silica. The method used to synthesize nano silica is the sol-precipitation method. The experiment was initiated by making primary and secondary sodium silicate solutions and continued with acidification with sulfuric acid. Then the aging stage is carried out with variations in the aging time of the mixture formed. The nano silica produced in this study was characterized using FTIR and TEM. The characterization of FTIR showed the presence of a siloxane group (Si-O-Si). The TEM characterization of silica nanoparticles with aging times of 1 day, three days, and five days showed good results, namely having a particle size of less than 25 nm. The synthesized nano-silica has a particle size of 19.31 nm, 19.67 nm, and 19.75 nm.

Abstrak

Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi (PLTP) Dieng menghasilkan lumpur geothermal (*silica scaling*) yang kandungan terbesarnya adalah silika. *Silica scaling* tersebut akan menjadi bahan baku natrium silikat. Natrium silikat tersebut selanjutnya digunakan untuk membuat nanosilika. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu aging terhadap ukuran partikel pada pembuatan nanosilika. Metode yang digunakan untuk mensintesis nanosilika yaitu metode sol-presipitasi. Penelitian diawali dengan membuat larutan natrium silikat primer dan sekunder dan dilanjutkan pengasaman dengan asam sulfat. Kemudian dilakukan tahap aging dengan variasi waktu aging terhadap campuran yang terbentuk. Nanosilika yang dihasilkan pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan FTIR dan TEM. Hasil karakterisasi FTIR nanosilika menunjukkan adanya gugus siloksan (Si-O-Si). Hasil karakterisasi TEM partikel nano silika dengan waktu aging 1 hari, 3 hari dan 5 hari menunjukkan hasil yang baik yaitu memiliki ukuran partikel kurang dari 25 nm. Nano silika hasil sintesis memiliki ukuran partikel sebesar 19,31 nm; 19,67 nm dan 19,75 nm.

Keywords: *nanosilica, geothermal, aging time, sol-precipitation*

PENDAHULUAN

Pemerintah terus memaksimalkan penggunaan energi bersih melalui pengembangan panas bumi untuk memenuhi kebutuhan suplai energi nasional [1]. Penggunaan energi panas bumi sebagai Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi (PLTP) memberikan dampak positif pada pembangunan nasional, karena panas bumi merupakan energi terbarukan yang ketersediaannya melimpah [1], [2]. Namun dampak negatif penggunaan panas bumi sebagai sumber energi adalah produksi energi panas bumi menghasilkan limbah berupa silica scaling [3].

Silica scaling merupakan endapan silika yang terbentuk dari pengolahan brine [3]. Laju penebalan scaling pada pipa injeksi brine di PLTP Dieng sebesar 9,52 cm/tahun [3]. Pengendapan terus-menerus akan menyebabkan penumpukan limbah scaling yang mengakibatkan pipa tersumbat. Pipa yang tersumbat harus dibersihkan agar proses produksi energi panas bumi dapat berjalan dengan baik. Limbah *silica scaling* yang menumpuk akan mencemari lingkungan dan menjadi permasalahan dalam perusahaan, sehingga diperlukan upaya penanganan limbah [3].

Kandungan terbesar dalam *silica scaling* adalah senyawa silika. Besarnya kandungan silika pada lumpur geothermal di Dieng sebesar 95% dan berbentuk amorf [4]. *Silica scaling* tersebut masih terdapat pengotor yang akan mempengaruhi proses maupun produk apabila langsung digunakan, sehingga perlu dilakukan pemurnian untuk meningkatkan kandungan silikanya. Silika hasil pemurnian dapat diaplikasikan dalam industri dan bentuk silika amorf jauh lebih disukai karena sifatnya lebih reaktif dibandingkan dalam bentuk kristalnya [5].

Silika dapat disintesis menjadi ukuran nano dengan ukuran kurang dari 100 nm [6]–[9]. Pembentukan ukuran nano silika dipengaruhi waktu pematangan (aging time) [10], [11]. Waktu aging 48 jam untuk pengeringan padatan silika batu rijang memberikan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan waktu aging 24 jam [11]. Proses pembuatan nano material silika dapat dilakukan melalui metode sol presipitasi [12]. Sintesis menggunakan metode tersebut menghasilkan ukuran partikel dibawah 100 nm. Sintesis nano partikel diawali dengan pembuatan natrium silikat dengan melarutkan silika dalam NaOH [13], [14]. Natrium silika tersebut kemudian dititrasi dengan asam untuk menghasilkan nano partikel silika dengan persentase sebesar 95% yang berukuran 58 nm [15]. Asam yang digunakan untuk menghasilkan nano partikel silika dapat berupa asam klorida atau asam sulfat [13], [16], [17].

Nano silika dapat diaplikasikan sebagai filler dalam produk karet [18]–[20]. Aplikasi nanosilika sebagai filler akan membutuhkan nanosilika dalam jumlah yang besar. Sehingga, pembuatan nanosilika dalam jumlah besar perlu dilakukan untuk dapat diaplikasikan dalam produk. Dalam penelitian ini, akan dipelajari pengaruh waktu aging (1 – 5 hari) terhadap ukuran nano silika yang disintesis menggunakan natrium silikat.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah H₂SO₄ 9%, H₂SO₄ 3%, natrium silikat yang dibuat silika geothermal PT. Geodipa Dieng[21] dan akuadest. Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu timbangan analitik, gelas beaker 500 mL, gelas beaker 1000 mL, reaktor stainless steel, waterbatch, termometer digital, oven, magnetic stirrer, pompa

peristaltik, pH meter, corong buhner, Spektrometer FTIR Perkin Elmer Frontier dan TEM JEOL JEM 1400.

Metode

Sintesis nanosilika

Larutan natrium silikat diencerkan sebanyak empat kali untuk mendapatkan larutan natrium silikat primer dan dua kali untuk mendapatkan larutan natrium silikat sekunder. Satu liter larutan natrium silikat primer dimasukkan ke dalam reaktor kemudian dipanaskan sampai suhu 70°C sambil diaduk. Setelah mencapai suhu 70°C ditambahkan asam sulfat 3% sedikit demi sedikit sampai terjadi perubahan pH dari 12 menjadi 8. Selanjutnya larutan natrium silikat sekunder ditambahkan perlahan-lahan secara simultan dengan asam sulfat 9% untuk memperkuat struktur agregat silika terpresipitasi. Hasil sintesis didiamkan selama 1 hari, 2 hari, 3 hari, 4 hari dan 5 hari. Endapan silika yang terbentuk dicuci dengan akuadest sebanyak tiga kali lalu dikeringkan dengan oven untuk menghilangkan kandungan airnya.



HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis nano silika menggunakan natrium silikat yang berasal dari silika geothermal PT. Geodipa Dieng. Pembuatan nano partikel silika menggunakan reaktor sederhana dengan parameter seperti yang disajikan dalam Tabel 1. Hasil sintesis nano silika dibagi menjadi lima beker gelas dan dilakukan aging selama 1 hari, 2 hari, 3 hari, 4 hari dan 5 hari. Peningkatan waktu aging akan mempengaruhi proses aglomerasi partikel [10]. Aglomerasi menyebabkan peningkatan rata-rata kristal dan ukuran partikel silika. Nano silika yang diperoleh dari hasil sintesis yaitu sebesar 123,8 gram. Hasil sintesis berupa padatan silika berwarna putih seperti pada Gambar 1.

Tabel 1. Parameter sintesis nano silika

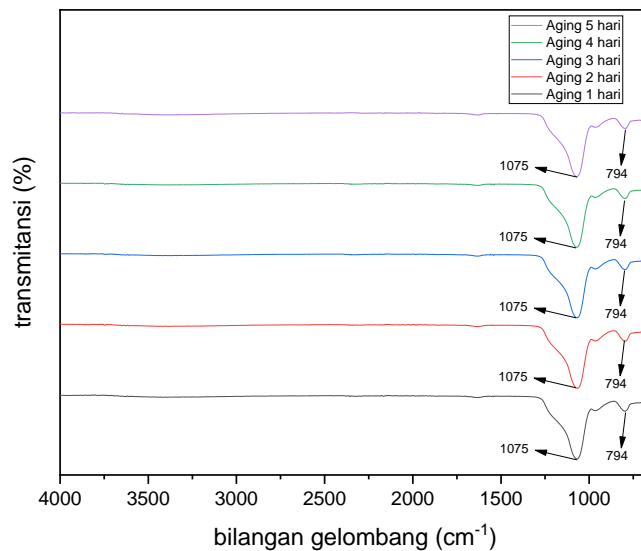
Parameter	Nilai	Keterangan
pH	8	Nano partikel silika yang dihasilkan 123,8 gram
Temperature	70 °C	
Natrium silikat primer	1000 mL	
Natrium silikat sekunder	1000 mL	
H ₂ SO ₄ 3%	850 mL	
H ₂ SO ₄ 9%	520 mL	

Hasil sintesis nanosilika dikarakterisasi menggunakan FTIR dan TEM untuk mengetahui gugus fungsi dan ukuran partikelnya. Hasil analisis menggunakan FTIR seperti pada Gambar 2. Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR nano silika dengan variasi waktu aging menunjukkan bahwa spektra IR yang dihasilkan memiliki bilangan gelombang yang sama. Bilangan gelombang 1075 cm⁻¹ dan 794 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus Si-O-Si, sehingga dengan waktu aging selama 1 hari, 2 hari, 3 hari, 4 hari dan 5 hari tidak ada perbedaan berdasarkan gugus fungsi pada hasil FTIR sintesis nano silika. Hasil sintesis nanosilika

memiliki karakterisasi FTIR yang sama dengan nanosilika yang disintesis dalam skala lab seperti disajikan pada Gambar 3.

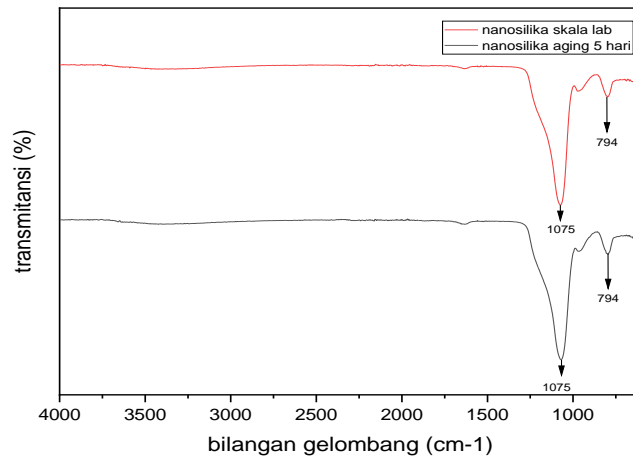


Gambar 1. hasil sintesis nano silika



Gambar 2. Hasil analisis FTIR nano silika

Berdasarkan hasil sintesis nano silika tersebut, kemudian dilakukan uji TEM untuk mengetahui ukuran partikel pada hasil sintesis dengan waktu aging 1 hari, 3 hari dan 5 hari. Karakterisasi ukuran partikel menggunakan TEM seperti disajikan pada Gambar 4. Berdasarkan hasil TEM menunjukkan bahwa pada waktu aging 1 hari silika yang dihasilkan memiliki rata-rata ukuran 19,31 nm, waktu aging 3 hari memiliki ukuran partikel 19,67 nm dan waktu aging 5 hari memiliki ukuran partikel 19,75 nm. Perbedaan ukuran partikel terhadap waktu aging 3 hari dan 1 hari sebesar 0,36 nm sedangkan waktu aging 5 hari dan 3 hari sebesar 0,08 nm. Variasi waktu aging tersebut tidak mempengaruhi ukuran partikel secara signifikan, sehingga waktu aging 1 hari sudah memberikan hasil yang baik untuk sintesis nanosilika.

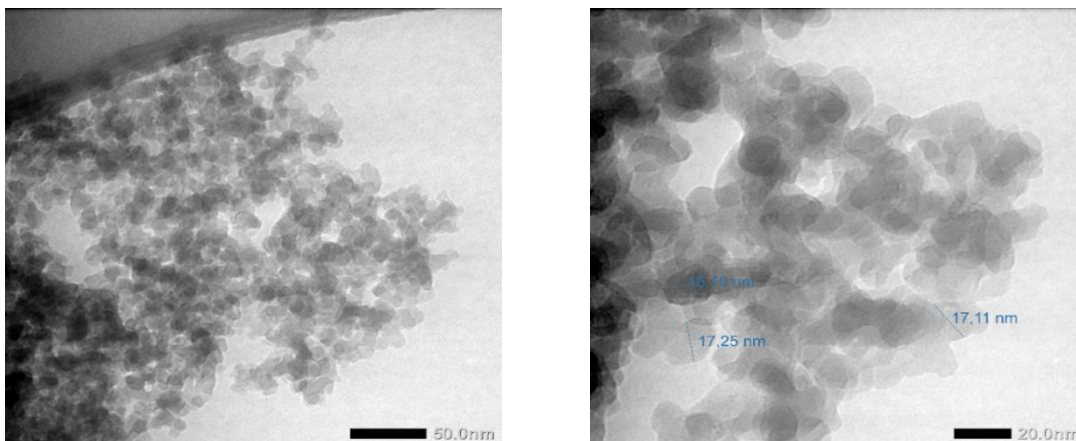


Gambar 3. FTIR nanosilika hasil sintesis skala lab dan waktu aging 5 hari

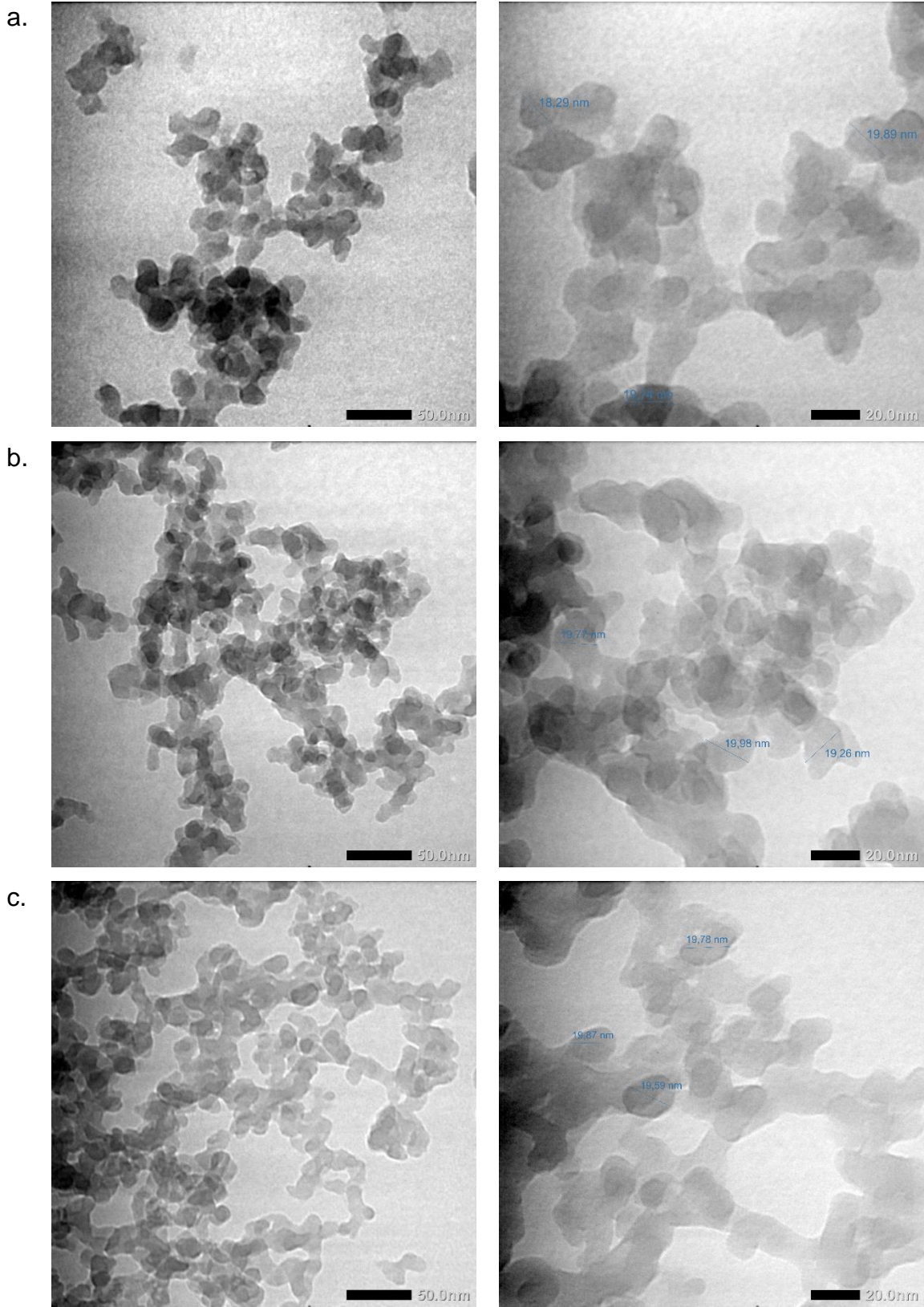
Pembuatan nanosilika pada skala besar ini menghasilkan ukuran partikel rata-rata sebesar 19,57 nm. Hasil tersebut lebih besar dibandingkan sintesis pada skala lab. Ukuran partikel silika yang dihasilkan pada skala lab sebesar 16,82 nm seperti disajikan pada Gambar 4. Ukuran partikel pada skala lab yang dihasilkan lebih kecil karena dalam skala kecil parameter suhu dan pH lebih mudah dikontrol dibandingkan pada skala besar. Penelitian sebelumnya oleh Hayati [22] ukuran partikel silika yang dihasilkan adalah 25 nm. Jadi, nanosilika yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki hasil yang lebih baik dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Hasil ukuran partikel silika disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Ukuran partikel nanosilika

Silika	Ukuran partikel
Skala lab	16,82 nm
Aging 1 hari	19,31 nm
Aging 3 hari	19,67 nm
Aging 5 hari	19,75 nm



Gambar 4. Hasil TEM nanosilika skala lab



Gambar 5. Hasil analisis TEM: a) *aging* 1 hari, b) *aging* 3 hari, dan c) *aging* 5 hari

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa variasi waktu *aging* yang cocok untuk sintesis nanosilika adalah 1 hari, karena menghasilkan ukuran nanosilika yang lebih kecil yaitu 19,31 nm. Produk nanosilika yang dihasilkan untuk satu kali reaksi adalah 123,8 gram. Metode ini dapat digunakan untuk mensintesis nanosilika dalam jumlah besar.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada UPPM Politeknik ATK Yogyakarta yang telah membantu membiayai sebagian dari penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. RWS, "Potensi Besar Belum Termanfaatkan, 46 Proyek Panas Bumi Siap Dijalankan," <https://ebtke.esdm.go.id/post/2020/03/27/2518/potensi.besar.belum.termanfaatkan.46.pr.oyek.panas.bumi.siap.dijalankan>
- [2] A. Anonim, "Ini Dia Sebaran Pembangkit Listrik Panas Bumi di Indonesia," <https://www.esdm.go.id>. <https://www.esdm.go.id/id/media-center/arsip-berita/ini-dia-sebaran-pembangkit-listrik-panas-bumi-di-indonesia#:~:text=JAKARTA%20%2D%20Sumber%20daya%20energi%20panas,panas%20bumi%20terbesar%20di%20dunia>.
- [3] R. Wahyudityo, A. W. Harto, and K. Suryopratomo, "Analisis Scaling Silika pada Pipa Injeksi Brine di Lapangan Panas Bumi Dieng dengan Studi Kasus di PT. Geo Dipa Energi," *Teknofisika*, vol. 2, no. 1, pp. 7–14, Jan. 2013.
- [4] Silviana *et al.*, "Natural Silica of Solid Waste From Geothermal Drilling in Dieng as Silica Gel through Environmentally Benign Processing," *Semin. Nas. Teknol. Ind. Hijau* 2, vol. 1, no. 1, pp. 341–346, 2017.
- [5] J. G. Hooley, "The Kinetics of The Reaction of Silica with Group I Hydroxides," *Can J Chem*, vol. 39, pp. 1221–1230, 1961, doi: 10.1139/v61-155.
- [6] A. Azhari and M. Aziz, "Synthesis and Characterization of Porous Material Based on the Belitung-Island Silica Mineral," *J. Teknol. Miner. Dan Batubara*, vol. 12, no. 3, pp. 161–170, Sep. 2016, doi: 10.30556/jtmb.Vol12.No3.2016.135.
- [7] G. Budiharti, "Synthesis Of Silica Nanoparticles With Sol-Gel Method," *J. Inov. Fis. Indones.*, vol. 4, no. 3, pp. 22–25, 2015.
- [8] H. Hasri, M. Muharram, and F. Nadwi, "A Synthesis Nanosilica of Bamboo's Leaf (*Bambusa sp.*) by Using Hydrothermal Method," *J. Kartika Kim.*, vol. 3, no. 2, pp. 96–100, Nov. 2020, doi: 10.26874/jkk.v3i2.56.
- [9] V. J. Mohanraj and Y. Chen, "Nanoparticles - A review," *Trop. J. Pharm. Res.*, vol. 5, no. 1, pp. 561–573, Jul. 2007, doi: 10.4314/tjpr.v5i1.14634.
- [10] N. S. Indrasti, A. Ismayana, A. Maddu, and S. S. Utomo, "Synthesis of Nano-silica from Boiler Ash in the Sugar Cane Industry using the Precipitation Method," *Int. J. Technol.*, vol. 11, no. 2, p. 422, Apr. 2020, doi: 10.14716/ijtech.v11i2.1741.

- [11] F. Delvia and S. Aini, “Pengaruh Waktu Aging Terhadap Kristalinitas dan Ukuran Partikel Silika Mesopori,” vol. 9, no. 2, p. 3, 2020.
- [12] I. A. M. Ibrahim, A. A. F. Zikry, and M. A. Sharaf, “Preparation of spherical silica nanoparticles: Stober silica,” *J. Am. Sci.*, vol. 6, no. 11, pp. 985–989, 2010.
- [13] F. D. M. Daud, M. H. Johari, A. H. A. Jamal, N. A. Z. Kahlib, and A. L. Hairin, “Preparation of nano-silica powder from silica sand via sol-precipitation method,” in *AIP Conference Proceedings*, Kelantan, Malaysia, 2019, vol. 2068, pp. 020002-1-020002-4. doi: 10.1063/1.5089301.
- [14] W. K. Setiawan, N. S. Idrasti, and Suprihatin, “Synthesis and characterization of nanosilica from boiler ash with co-precipitation method,” in *2015 3rd International Conference on Adaptive and Intelligent Agroindustry (ICAIA)*, Bogor, Aug. 2015, pp. 160–164.
- [15] M. Munasir, T. Triwikantoro, M. Zainuri, and D. Darminto, “Ekstraksi dan Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bancar dengan Metode Basah,” *J. Penelit. Fis. Dan Apl. JPFA*, vol. 3, no. 2, p. 12, Dec. 2013, doi: 10.26740/jpfa.v3n2.p12-17.
- [16] S. Musić, N. Filipović-Vinceković, and L. Sekovanić, “Precipitation of amorphous SiO₂ particles and their properties,” *Braz. J. Chem. Eng.*, vol. 28, no. 1, pp. 89–94, Mar. 2011, doi: 10.1590/S0104-66322011000100011.
- [17] I. M. Joni, Rukiah, and C. Panatarani, “Synthesis of silica particles by precipitation method of sodium silicate: Effect of temperature, pH and mixing technique,” presented at the 3rd International Conference On Condensed Matter And Applied Physics (ICC-2019), Bikaner, India, 2020, p. 080018. doi: 10.1063/5.0003074.
- [18] Muh. W. Sya’bani, Y. Suwarno, M. F. Agustian, I. Perdana, and Rochmadi, “Studies of geothermal silica as rubbers compounds reinforcing filler,” presented at the The 5th International Conference On Industrial, Mechanical, Electrical, And Chemical Engineering 2019 (ICIMECE 2019), Surakarta, Indonesia, 2020, p. 030144. doi: 10.1063/5.0000730.
- [19] G. Sudhakaran and S. A. Avirah, “Studies on reinforcing effect of industrial nano silica in chloroprene vulcanizates containing carboxy-terminated liquid natural rubber,” *J. Elastomers Plast.*, vol. 54, no. 3, pp. 509–517, Apr. 2022, doi: 10.1177/00952443211063597.
- [20] Y. Chen, Z. Peng, L. X. Kong, M. F. Huang, and P. W. Li, “Natural rubber nanocomposite reinforced with nano silica,” *Polym. Eng. Sci.*, vol. 48, no. 9, pp. 1674–1677, Sep. 2008, doi: 10.1002/pen.20997.
- [21] M. W. Syabani, R. Rochmadi, I. Perdana, and A. Prasetya, “FTIR study on nano-silica synthesized from geothermal sludge,” presented at the The 4th International Conference On Materials Engineering And Nanotechnology (Icmen 2021), Kuala Lumpur, Malaysia, 2022, p. 030014. doi: 10.1063/5.0075015.
- [22] R. Hayati, “Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopersipitasi,” *J. Fis. Unand*, vol. 4, no. 3, p. 6, 2015, doi: <https://doi.org/10.25077/jfu.4.3.%25p.2015>.