

## Karakter Ikatan Kimia, Kristalinitas, dan Ukuran Partikel Produk Silika yang Disintesis dari Bahan Limbah Padat Geotermal

Joko Suryadi,<sup>1\*</sup> Sabinna Azahra Sulaeman,<sup>1</sup> Shafira Yulianthina,<sup>1</sup> Tifa Paramitha,<sup>1</sup> & Eko Andrijanto<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung  
Corresponding author: [joko.suryadi@polban.ac.id](mailto:joko.suryadi@polban.ac.id)

### Article history

Received: 21 September 2023

Received in revised form:  
6 July 2023

Accepted: 11 July 2023

DOI:

10.17977/um0260v7i12023p010

### Kata-kata kunci:

*Limbah geotermal*

*Silika*

*Sol-gel*

*Nanopartikel*

FTIR menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah silika. Senyawa yang didapatkan berjenis amorf berdasarkan kristalinitasnya dengan ukuran partikel terbesar pada 483,5 nm dengan penambahan HCl dengan metode alir dan 782,5 nm dengan metode tetes.

### Abstrak

Silika disamping dapat disintesis dari prekusornya, juga dapat diekstraksi melalui bahan-bahan alam salah satunya adalah dari limbah padat geotermal pada situs pembangkit listrik panas bumi. Pada penelitian ini, telah dilakukan sintesis senyawa silika dari bahan baku limbah padat geotermal dengan metode sol-gel. Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh senyawa silika dari limbah padat geotermal dengan variasi implementasi penambahan HCl dalam metode sol-gel yaitu dengan metode tetes dan metode alir. Produk silika yang terbentuk kemudian dikarakterisasi berdasarkan ikatan kimia, kristalinitas, dan ukuran partikelnya. Bahan HCl yang digunakan dalam penelitian ini divariasikan pada tingkat kemurnian pro analisis (p.a) dan teknis. Produk silika yang didapatkan mempunyai *yield* 25,74% dan 9,93% untuk masing-masing metode tetes dan metode alir. Karakterisasi produk silika yang dihasilkan mencakup analisis FTIR untuk karakter ikatan senyawa, difraksi sinar X untuk karakter kristalinitas dan metode *dynamic light scattering* untuk menentukan ukuran partikel produk. Karakteristik ikatan kimia dari analisis serapan bilangan gelombang dengan

### Abstract

Besides being able to synthesize silica from its precursors, silica can also be extracted through natural materials, one of which is from geothermal solid waste at geothermal power plant sites. In this research, synthesis of silica compounds from geothermal solid waste has been carried out using the sol-gel method. The purpose of this study was to obtain silica compounds from geothermal solid waste with various implementations of adding HCl in the sol-gel method, namely by drip method and flow method. The silica products formed were then characterized based on their chemical bonding, crystallinity and particle size. The HCl material used in this study was varied at the level of pro-analyst (p.a) and laboratory grade purity. The silica products obtained had yields of 25.74% and 9.93% for the drip method and flow method, respectively. The characterizations of the resulting silica products include FTIR analysis for the bonding characteristics of the compounds, X-ray diffraction for the crystallinity character and the dynamic light scattering method to determine the product particle size. Characteristics of chemical bonding from wave number absorption analysis with FTIR indicated that the resulting product was silica. The compounds obtained were of amorphous type based on their crystallinity with the largest particle size at 483.5 nm with the addition of HCl by the flow method and 782.5 nm by the drop method.

## PENDAHULUAN

Silika merupakan salah satu senyawa yang mempunyai kegunaan yang luas diantaranya sebagai adsorben, bahan baku material hidrofobik, bahan pelapis dan pengisi dalam bahan konstruksi [1]–[4]. Disamping dapat disintesis dengan suatu prekursor silika juga dapat dihasilkan dari ekstraksi bahan alam antara lain sekam padi, bambu, ampas tebu, dan limbah geothermal [5]–[7]. Perolehan kembali senyawa silika dari bahan alam tersebut pada umumnya dapat dilakukan dengan menggunakan metode *sol-gel* disamping dengan metode yang lain karena kemudahan metode dan berbiaya rendah [8].

Metode *sol-gel* merupakan metode yang memungkinkan untuk didapatkan produk dalam ukuran nanopartikel dengan aplikasi yang luas untuk diterapkan pada berbagai jenis bahan [9]. Dalam metode *sol-gel* untuk pembuatan senyawa silika pada umumnya penambahan HCl setelah melalui proses reaksi dengan NaOH. Pada metode tersebut penambahan HCl dilakukan dengan cara tetes demi tetes [10]. Selain itu, metode penambahan asam untuk membentuk gel silika juga dapat dilakukan menggunakan metode alir [11].

Pada penelitian ini telah dilakukan komparasi dari dua macam langkah kerja dalam metode *sol-gel* pada bagian penambahan asam yaitu dengan cara ditambahkan secara tetes demi tetes dan dialirkan melalui buret. Tujuan dari komparasi dua metode ini adalah untuk melihat efektivitas kedua metode tersebut dilihat dari parameter nilai *yield*, karakteristik ikatan kimia, kristalinitas, dan ukuran partikel akhir produk akhir yang dihasilkan.

Parameter ukuran partikel produk silika dari kedua metode akan dipertimbangkan untuk digunakan dalam sintesis silika dengan skala nanometer pada penelitian yang akan datang.

## METODE

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah padat geotermal dari PT. Geodipa Energi Dieng. Asam sulfat dan NaOH yang digunakan memiliki tingkat kemurnian teknis yang didapatkan dari toko lokal setempat. Asam klorida pada metode sintesis silika memiliki spesifikasi tingkat kemurnian teknis dan *pro analysis* (p.a) dari Merck.

### Preparasi limbah padat geothermal

Limbah padat dihomogenkan ukurannya pada rentang 0,200 hingga 0,355 mm dengan menggunakan ayakan Retsch pada skala kecepatan ayak 30 dari 100 selama 5 menit. Hasil ayakan dikeringkan pada temperature 105°C selama 105 menit. Hasil pengeringan kemudian dibersihkan melalui proses *leaching*. Proses *leaching* dilakukan dengan menggunakan asam sulfat teknis 25% dan prosedurnya mengikuti pada penelitian sebelumnya [12].

### Sintesis Silika

Produk padatan hasil *leaching* dikontakkan dengan NaOH 2N dengan perbandingan 1:25 (massa padatan : volume NaOH). Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur 80°C selama 25 menit. Larutan hasil kontak dengan NaOH disaring dan ditambahkan larutan HCl 1N dengan variasi metode penambahan secara alir dan tetes. Larutan didiamkan selama 18 jam setelah penambahan HCl. Endapan hasil pendiaman yang terbentuk dipisahkan dari filtratnya dan dicuci dengan aqua demineral hingga pH netral. Pengeringan endapan hasil pemisahan dilakukan pada temperatur 110°C selama 12 jam.

### Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini antara lain sebagai berikut.

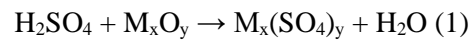
1. Analisis kandungan unsur dalam produk hasil *leaching* asam: Data unsur yang terkandung dalam produk hasil *leaching* dianalisis menggunakan X-Ray Fluorometri (XRF) dengan instrument Rigaku Supermini 200.
2. Jenis karakteristik ikatan kimia pada produk senyawa silika: Karakteristik ikatan kimia produk senyawa silika dianalisis menggunakan metode spektrofotometri infra merah (FTIR) dengan instrumen Shimadzu 8400.
3. Kristalinitas produk senyawa silika: Karakteristik kristalinitas silika dianalisis dengan metode difraksi sinar X menggunakan instrumen X-Ray Diffractometer (XRD) Bruker D8 Advance.
4. Ukuran partikel produk senyawa silika: Nilai ukuran partikel silika dianalisis dengan menggunakan instrumen Nano Particle Analyzer Horiba SZ-100.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

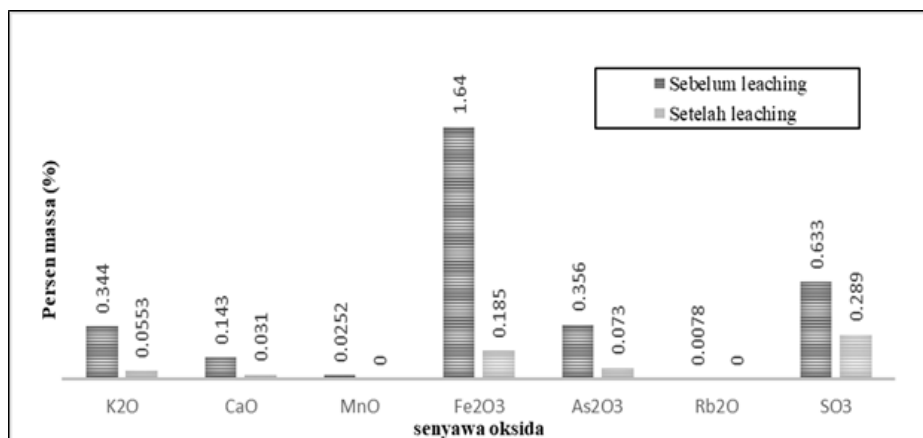
### Preparasi limbah padat geothermal

Tahap preparasi limbah padat geothermal mencakup homogenisasi ukuran padatan limbah padat dan *leaching* dengan menggunakan larutan asam. Tujuan dari tahap ini adalah menyeragamkan ukuran padatan limbah sehingga diharapkan tidak ada variabel ukuran padatan yang heterogen dalam proses sintesis silika. Prosedur *leaching* dengan larutan asam bertujuan untuk menghilangkan unsur pengotor yang terdapat dalam limbah padatan tersebut. Asam sulfat dapat menurunkan pengotor

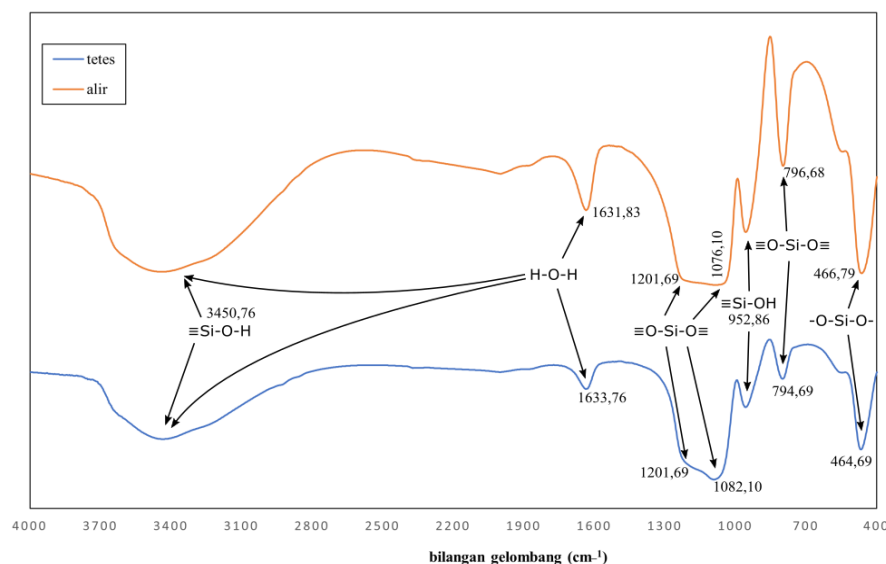
yang terdapat dalam limbah padat geothermal secara efektif. Pengotor yang terdapat dalam limbah dapat terdiri atas senyawa oksida-oksida logam. Reaksi antara oksida logam dengan asam sulfat ditunjukkan berdasarkan reaksi (1).



Sebagai aspek kualitatif, kenampakan dari limbah padat hasil *leaching* memiliki warna yang lebih terang dibandingkan sebelum melalui tahap *leaching*. Secara kuantitatif penurunan pengotor oksida logam dalam limbah ditunjukkan oleh hasil analisis XRF pada Gambar 1.



Gambar 1. Perbandingan kuantitas pengotor limbah padat geothermal sebagai senyawa oksida sebelum dan setelah *leaching* dengan asam sulfat.

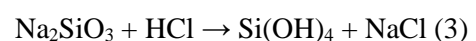


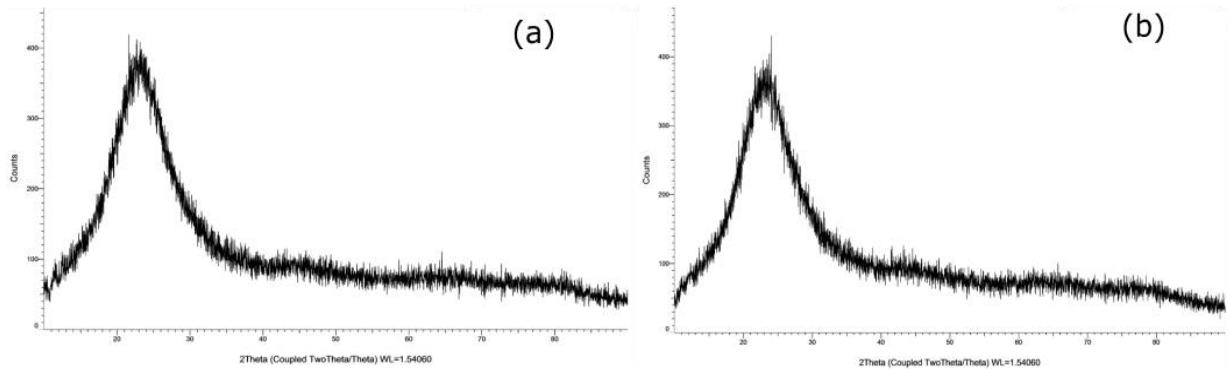
Gambar 2. Spektra FTIR dan analisis gugus fungsi hasil produk padatan dengan metode penambahan HCl secara tetes dan alir dalam metode sol-gel.

### Sintesis Senyawa Silika

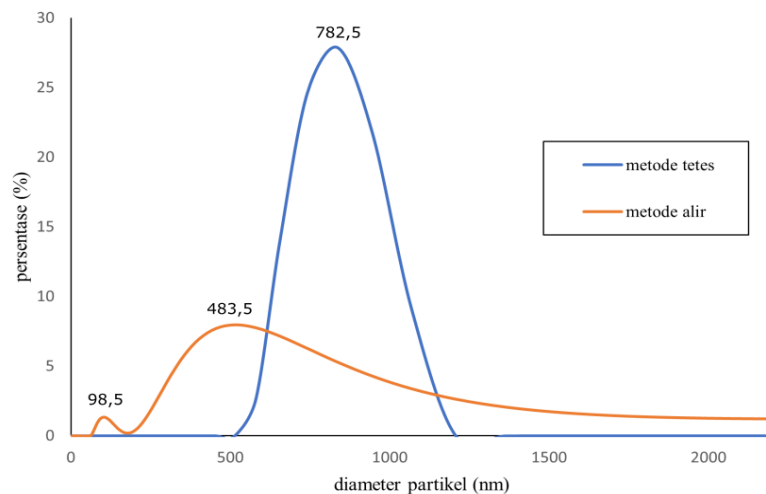
Terdapat dua tahap dalam sintesis senyawa silika dari padatan hasil *leaching* pada proses preparasi. Tahap pertama adalah reaksi antara silika yang terkandung dalam padatan dengan NaOH

sesuai pada reaksi (2). Tahap kedua adalah pembentukan gel dengan HCl yang ditunjukkan pada reaksi (3) [10].



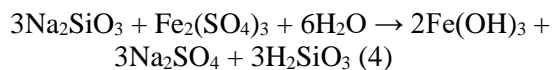


**Gambar 3.** Difraktogram produk padatan menggunakan metode sol-gel pada prosedur tetes (a) dan alir (b) dalam penambahan HCl.



**Gambar 4.** Profil ukuran partikel produk padatan menggunakan metode sol-gel pada prosedur tetes dan alir dalam penambahan HCl.

Penambahan HCl dengan tingkat kemurnian teknis baik dengan metode alir maupun tetes tidak menunjukkan hasil positif adanya gel yang terbentuk untuk diproses lebih lanjut menjadi padatan silika. Hal ini disebabkan karena tingkat kemurnian HCl pada tingkat teknis lebih rendah dibandingkan dengan tingkat p.a. Pada HCl teknis mengandung banyak pengotor seperti ion besi dan sulfat. Reaksi yang dapat terjadi antara natrium silikat dengan pengotor yang ada di dalam HCl teknis adalah sebagai berikut.



Pada penambahan HCl dengan metode tetes, didapatkan *yield* yang lebih besar dibandingkan dengan metode alir. Hal ini disebabkan peristiwa pembentukan senyawa siklik oligomer pada  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dapat terjadi secara bertahap bergantung pada HCl yang secara kontinu ditambahkan [11]. Hasil padatan akhir yang didapatkan dengan membedakan metode penambahan HCl pada tingkat kemurnian teknis dan p.a ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Perbandingan dua metode penambahan HCl dengan tingkat kemurnian berbeda pada sintesis silika dari limbah padat geothermal

Penambahan HCl	Tingkat kemurnian HCl	Yield padatan akhir (%)
Tetes	p.a	25,74
	teknis	-
Alir	p.a	9,93
	teknis	-

### Karakterisasi Ikatan Kimia

Produk padatan setelah proses sintesis silika dikarakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk melihat ikatan-ikatan karakteristik untuk silika yang terjadi pada produk tersebut. Spektrum FTIR dari padatan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 2. Hasil spektra produk silika menggunakan kedua metode penambahan HCl dengan kemurnian tingkat p.a baik aliran maupun tetes keduanya menunjukkan adanya karakteristik ikatan-ikatan senyawa silika [13]. Pada bilangan gelombang  $796,68 \text{ cm}^{-1}$  dan  $794,69 \text{ cm}^{-1}$  untuk masing-masing metode tetes dan alir menunjukkan adanya gugus

$\equiv\text{O-Si-O}\equiv$  dan gugus yang serupa pada pita lebar pada rentang 1000-1202  $\text{cm}^{-1}$ .

Perbedaan antara kedua jenis puncak tersebut adalah jenis simetrisitas dari gugus  $\equiv\text{O-Si-O}\equiv$ , dimana pada rentang 1000-1202  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan jenis vibrasi simetris dan sebaliknya. Secara umum, jika dilihat dari karakteristik ikatan pada spektra FTIR yang terbentuk maka dapat diidentifikasi bahwa senyawa silika yang terbentuk merupakan senyawa silika yang berikatan dengan gugus hidroksi (silanol) [12]. Beberapa hasil studi karakteristik ikatan dari senyawa silika juga menunjukkan hasil yang identik [10], [14]–[16].

### Karakterisasi sifat kristalinitas produk silika

Sifat kristalinitas dari produk silika yang dikarakterisasi menggunakan metode difraksi sinar X. Dari hasil analisis didapatkan bahwa silika berjenis mayoritas amorf dengan tingkat persentase amorf masing-masing adalah 71,6% untuk metode penambahan HCl secara tetes dan 73,6% untuk metode penambahan HCl secara alir. Sifat amorf dari produk ini disebabkan oleh pada proses pengeringan menggunakan temperatur di bawah 200°C dimana silika yang dihasilkan masih dalam bentuk xerogel [12]. Silika akan menunjukkan sifat sebagai kuarsa ketika dilakukan kalsinasi pada temperatur di atas 300°C [17]. Difraktogram hasil analisis senyawa silika ditunjukkan pada Gambar 3 secara visual menunjukkan karakter amorf pada material silika hasil sintesis. Peak pada sudut  $2\theta$  di sekitar  $21^\circ$  berkarakter lebar pada difraktogram menunjukkan adanya senyawa silika amorf [18]. Hasil yang identik dalam karakterisasi silika amorf juga didapatkan pada penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya [17], [19].

### Karakterisasi ukuran partikel produk silika

Hasil karakterisasi ukuran partikel menggunakan metode DLS pada Gambar 4 menunjukkan bahwa partikel silika dengan metode alir mempunyai ukuran partikel lebih kecil dibandingkan dengan metode tetes. Untuk keseragaman ukuran partikel, penambahan HCl dengan metode tetes lebih seragam karena pembentukan senyawa silika lebih teratur. Hal ini disebabkan oleh laju alir HCl yang lebih rendah berkontak dengan larutan natrium silikat sehingga menyebabkan ukuran partikel lebih seragam. Hal ini sesuai dengan karakteristik dari metode sintesis silika dengan metode *sol-gel* dimana sifat dari produk dapat disesuaikan berdasarkan cara yang digunakan dalam metode tersebut. Salah satunya

adalah dalam ruang lingkup bagaimana cara penambahan asam klorida yang diterapkan ke dalam larutan natrium silikat. Hasil serupa didapatkan pada karakterisasi ukuran partikel dalam penelitian sebelumnya dimana pada metode alir didapatkan ukuran partikel yang lebih kecil [11].

Karakteristik ukuran partikel dari produk silika yang berada di bawah 1000 nanometer menggambarkan bahwa produk silika yang dihasilkan lebih lanjut berpotensi untuk berada pada skala nanopartikel.

### KESIMPULAN

Senyawa silika dapat diperoleh dari limbah padat geothermal menggunakan beberapa bahan dengan tingkat kemurnian teknis. Impelementasi metode *sol-gel* dengan yield lebih besar didapatkan ketika HCl yang ditambahkan adalah dengan tingkat kemurnian p.a menggunakan metode tetes. Karakter produk silika yang dihasilkan dari penelitian berupa silika amorf. Karakter ukuran partikel silika berpotensi untuk dikembangkan ke arah nanopartikel. Distribusi ukuran partikel yang berbeda bergantung pada jenis metode penambahan HCl yang digunakan.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (P3M) Politeknik Negeri Bandung sebagai penyedia sumber dana penelitian. Peneliti juga mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi (PPNN) Institut Teknologi Bandung sebagai tempat pengujian parameter difraksi sinar X dan analisis ukuran partikel.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] O. G. M. Sandoval, G. C. D. Trujillo, and A. E. L. Orozko, "Amorphous silica waste from a geothermal central as an adsorption agent of heavy metal ions for the regeneration of industrial pre-treated wastewater.pdf," *Water Resour. and Ind.*, vol. 20, pp. 15–22, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.wri.2018.07.002>.
- [2] H. El-Didamony, E. El-Fadaly, A. A. Amer, and I. H. Abazeed, "Synthesis and characterization of low cost nanosilica from sodium silicate solution and their applications in ceramic engobes," *Boletín la Soc. Española Cerámica y Vidr.*, vol. 59, no. 1, pp. 31–43, 2019, doi: [10.1016/j.bsecv.2019.06.004](https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2019.06.004).

- [3] M. W. Syabani, A. Ina, H. Indri, and I. S. Yayat, "Silica from geothermal waste as reinforcing filler in artificial leather," *Key Eng. Mater.*, vol. 849 KEM, pp. 78–83, 2020, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.849.78.
- [4] S. Gupta, *Application of nano-silica in cement mortar and concrete*. Elsevier Inc., 2019.
- [5] N. S. Osman and N. Sapawe, "Waste Material As an Alternative Source of Silica Precursor in Silica Nanoparticle Synthesis – A Review," in *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 19, pp. 1267–1272, doi: 10.1016/j.matpr.2019.11.132.
- [6] E. A. P. Wibowo, A. W. Arzanto, K. D. Maulana, and A. D. Rizkita, "Preparasi dan karakterisasi nanosilika dari jerami padi," *J. Ilm. Sains Vol. 18 No. 1, April 2018*, vol. 18, no. 1, pp. 35–40, 2006.
- [7] K. D. Rakhmasari, I. Perdana, A. Prasetya, and B. Pidhatika, "Nanosilika dari Prekursor Silika Geotermal : Pengaruh Konsentrasi Surfaktan dan Dekomposisi Termal Pasca Sintesis," no. April, pp. 1–7, 2019.
- [8] I. M. Joni, L. Nulhakim, M. Vanitha, and C. Panatarani, "Characteristics of crystalline silica (SiO<sub>2</sub>) particles prepared by simple solution method using sodium silicate (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) precursor," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1080, no. 1, 2018, doi: 10.1088/1742-6596/1080/1/012006.
- [9] S. Sakka, "Sol-Gel Process and Applications," *Handb. Adv. Ceram. Mater. Appl. Process. Prop. Second Ed.*, pp. 883–910, 2013, doi: 10.1016/B978-0-12-385469-8.00048-4.
- [10] S. N. A. Jenie *et al.*, "Geothermal silica-based fluorescent nanoparticles for the visualization of latent fingerprints," *Mater. Express*, vol. 10, no. 2, pp. 258–266, 2020, doi: 10.1166/mex.2020.1551.
- [11] I. M. Joni, Rukiah, and C. Panatarani, "Synthesis of silica particles by precipitation method of sodium silicate: Effect of temperature, pH and mixing technique," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2219, no. May, 2020, doi: 10.1063/5.0003074.
- [12] S. Silviana, G. J. Sanyoto, A. Darmawan, and H. Sutanto, "Geothermal silica waste as sustainable amorphous silica source for the synthesis of silica xerogels," *Rasayan J. Chem.*, vol. 13, no. 3, pp. 1692–1700, 2020, doi: 10.31788/RJC.2020.1335701.
- [13] R. Al-Oweini and H. El-Rassy, "Synthesis and characterization by FTIR spectroscopy of silica aerogels prepared using several Si(OR)<sub>4</sub> and R''Si(OR')<sub>3</sub> precursors," *J. Mol. Struct.*, vol. 919, no. 1–3, pp. 140–145, 2009, doi: 10.1016/j.molstruc.2008.08.025.
- [14] Z. Asadi and R. Norouzebeigi, "Synthesis of colloidal nanosilica from waste glass powder as a low cost precursor," *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 18, pp. 22692–22697, 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2018.09.050.
- [15] K. M. Li, J. G. Jiang, S. C. Tian, X. J. Chen, and F. Yan, "Influence of silica types on synthesis and performance of amine-silica hybrid materials used for CO<sub>2</sub> capture," *J. Phys. Chem. C*, vol. 118, no. 5, pp. 2454–2462, 2014, doi: 10.1021/jp408354r.
- [16] D. R. Mujiyanti, H. Nisa, K. Rosyidah, D. Ariyani, and A. Abdullah, "Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Viskositas Dan Densitas Tetraetil Ortosilikat Dari Silika Abu Sekam Padi," *Indones. J. Chem. Res.*, vol. 8, no. 2, pp. 151–158, 2020, doi: 10.30598/ijcr.
- [17] M. H. J. H. Al-Atia, H. K. Saeed, A. R. Fliayh, and A. J. Addie, "Investigating the effects of calcination temperatures on the structure of modified nanosilica prepared by sol–gel," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 520, pp. 590–596, 2017, doi: 10.1016/j.colsurfa.2017.02.020.
- [18] L. Khouchaf, K. Boulahya, P. P. Das, S. Nicolopoulos, V. K. Kis, and J. L. Lábár, "Study of the microstructure of amorphous silica nanostructures using high-resolution electron microscopy, electron energy loss spectroscopy, X-ray powder diffraction, and electron pair distribution function," *Materials (Basel)*, vol. 13, no. 19, pp. 1–14, 2020, doi: 10.3390/ma13194393.
- [19] R. Filipovic, D. Ladic, M. Perusic, and I. Stijepovic, "Oil absorption in mesoporous silica particles," *Process. Appl. Ceram.*, vol. 4, no. 4, pp. 265–269, 2010, doi: 10.2298/pac1004265f.