



SKRIPSI – TK 141581

**PENGARUH PH DAN KONSENTRASI PADA
PROSES PENDINGINAN KOLOID SILIKA
MENGUNAKAN *FLAME SPRAY COMBUSTOR***

APRILIA YASINTA RETNANINGTYAS

NRP 2314106011

ROZIQ RAHADIAN HIDAYAT

NRP 2314106012

Dosen Pembimbing

Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng

NIP. 195209161980031002

Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

NIP. 197503062002122002

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2017



FINAL PROJECT – TK 141581

**THE EFFECT OF PH AND CONCENTRATION
TO DRYING PROCESS OF COLLOIDAL SILICA
USING FLAME SPRAY COMBUSTOR**

APRILIA YASINTA RETNANINGTYAS

NRP 2314106011

ROZIQ RAHADIAN HIDAYAT

NRP 2314106012

Supervisor

Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng

NIP. 195209161980031002

Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

NIP. 197503062002122002

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2017

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH PH DAN KONSENTRASI PADA PROSES PENGERINGAN KOLOID SILIKA MENGGUNAKAN *FLAME SPRAY COMBUSTOR*

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

APRILIA YASINTA RETNANINGTYAS **2314106011**
ROZIQ RAHADIAN HIDAYAT **2314106012**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng (Pembimbing I)
2. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. (Pembimbing II)
3. Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng (Penguji I)
4. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng (Penguji II)
5. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng (Penguji III)



SURABAYA
JANUARI 2017

Halaman ini sengaja dikosongkan

PENGARUH PH DAN KONSENTRASI PADA PROSES PENGERINGAN KOLOID SILIKA MENGUNAKAN *FLAME SPRAY COMBUSTOR*

Nama : Aprilia Yasinta Retnaningtyas (2314106011)

Roziq Rahadian Hidayat (2314106012)

Pembimbing : 1. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

2. Dr. Widiyastuti, ST., MT.

ABSTRAK

Spray Drying banyak diaplikasikan dibidang industri untuk mengeringkan material karena memiliki berbagai keuntungan diantaranya mampu menghasilkan partikel hingga ukuran nanometer, proses kontinyu, kemurnian serta kristalinitas produk yang tinggi dan energi yang dibutuhkan lebih murah. Pada penelitian ini metode yang kami gunakan dalam proses pengeringan koloid silika yaitu *Flame Spray Combustor*. Penelitian ini memiliki tujuan untuk mensintesa partikel silika dari *waterglass* dan kemudian mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi pada proses pengeringan silika menggunakan *Flame Spray Combustor*. Analisa SEM (*Scanning Electromagnetic Microscope*), dan XRD (*X-Ray Diffraction*), dilakukan untuk mengetahui morfologi, kristalinitas, dan ukuran dari partikel yang telah diperoleh. Untuk mengetahui distribusi ukuran partikel koloid silika digunakan analisa *Particle Size Analyzer* (PSA). Sedangkan untuk mengetahui luas permukaan partikel digunakan analisa BET (Brunauer – Emmet – Teller). Hasil penelitian ini didapatkan bahwa distribusi koloid silika *polydisperse* ditandai dengan adanya diameter koloid yang beragam. Pada pH 8 hingga 10 diameter partikel silika meningkat seiring dengan

meningkatnya pH dan pada pH 11 diameter partikel silika menurun. Semakin tinggi konsentrasi semakin besar diameter partikel silika yang dihasilkan. Morfologi dari silika sendiri berbentuk bulat kecil. Silika memiliki struktur amorf sehingga silika dapat digunakan sebagai material komposit karena tidak mempengaruhi material utama. Semakin tinggi pH dan konsentrasi semakin kecil luas permukaan partikel silika yang dihasilkan. Sedangkan semakin tinggi pH dan konsentrasi semakin besar diameter pori partikel silika yang dihasilkan.

Kata Kunci: *Flame Spray Combustor, Waterglass, Silika*

***THE EFFECT OF PH AND CONCENTRATION TO
DRYING PROCESS OF COLLOIDAL SILICA USING
FLAME SPRAY COMBUSTOR***

By : Aprilia Yasinta Retnaningtyas (2314106011)

Roziq Rahadian Hidayat (2314106012)

Supervisors : 1. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng.

2. Dr. Widiyastuti, ST., MT.

ABSTRACT

Spray drying widely applied in industry for drying the material because it has many advantages including capable to produce particle up to nanometer size, having a continuous process, high purity and cristallinity product and less energy consumed. The research's method that we used in drying process of colloidal silica is Flame Spray Combustor. This research has the objective to synthesize particles of silica from waterglass and then determine the effect of pH and concentration of precursor solution on drying process of colloidal silica using Flame Spray Combustor. Major equipment used in this experiment are an ultrasonic nebulizer, burners and electrostatic precipitators. Analysis of SEM (Scanning Electromagnetic Microscope), and XRD (X-Ray Diffraction), was conducted to determine the morphology, crystallinity, and size of the particles that have been obtained. While Particle Size Analyzer was conducted to determine particle size distribution of colloidal silica and particle's surface area. Morphology of silica is small spherical. The results of this study found that the distribution of colloidal silica are polydisperse characterized by their varying sizes. At pH 8 to 10 the size of silica particles increases with increasing pH,

and at pH 11 the size of silica particles decreases. The higher concentration of solution, the larger size of silica particles produces. Silica has an amorphous structure that silica can be used as a composite material because it does not affect the main material. The higher pH and concentration, the smaller surface area of silica particles produced. Meanwhile, the greater pH and concentration, the greater pore size of silica particles produced.

Keywords: Flame Spray Combustor, Waterglass, Silica

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kami panjatkan kepada Allah SWT yang atas rahmat dan kasih sayang-Nya, kami dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul **"Pengaruh pH dan Konsentrasi pada Proses Pengerinan Koloid Silika Menggunakan Flame Spray Combustor"**

Proposal skripsi merupakan salah satu tahap yang harus dilalui oleh mahasiswa Teknik Kimia FTI-ITS guna menjalankan penelitian skripsi dan memperoleh gelar sarjana. Proposal skripsi ini kami susun berdasarkan aplikasi ilmu pengetahuan yang terdapat dalam literatur buku, jurnal maupun internet, khususnya di Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran Teknik Kimia FTI-ITS. Selama penyusunan laporan ini, banyak sekali bimbingan, saran, motivasi, serta bantuan yang kami dapatkan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Juwari, ST., M. Eng., Ph.D selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng, selaku Dosen Pembimbing I dan Kepala Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
3. Dr. Widiyastuti, ST, MT selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
4. Kedua orang tua dan keluarga kami yang selalu memberikan dukungan dan do'a.
5. Teman-teman Mixing Crew di Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran, dan teman-teman Lintas Jalur yang telah memberikan dukungan dan turut membantu kami.
6. Seluruh pihak yang tidak dapat kami sebutkan satu persatu, yang turut membantu kami.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kesalahan dalam penulisan proposal ini. Oleh karena itu kritik dan saran dari para pembaca sangat penulis harapkan sebagai upaya peningkatan kualitas dari laporan ini.

Surabaya, Januari 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

LEMBAR PENGESAHAN

ABSTRAK i

ABSTRACT..... iii

KATA PENGANTAR..... v

DAFTAR ISI..... vii

DAFTAR GAMBAR ix

DAFTAR TABEL xi

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Perumusan Masalah..... 4

1.3 Batasan Masalah..... 4

1.4 Tujuan Penelitian..... 5

1.5 Manfaat Penelitian..... 5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik *Waterglass* 7

2.2 Karakteristik Silika..... 7

2.3 Flame Synthesis 8

2.4 Metode Pembentukan Partikel 9

2.5 *Ultrasonic Atomization*..... 12

2.6 Mekanisme Pembentukan Partikel 12

2.7 Metode Analisa 18

 2.7.1 Scanning Electromagnetic Microscope 18

 2.7.2 X-Ray Diffraction..... 22

2.8 Penelitian Terdahulu..... 24

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian 26

3.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian 29

3.3	Prosedur Percobaan	29
3.3.1	Pembuatan Larutan Prekursor.....	29
3.3.2	Pengeringan Partikel.....	30
3.3.3	Karakterisasi Partikel.....	31
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		
4.1	Distribusi Ukuran Partikel (<i>Particle Size Distribution</i>)	32
4.1.1	Pengaruh pH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel	33
4.1.2	Pengaruh Konsentrasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel	37
4.2	Morfologi Partikel	39
4.2.1	Pengaruh pH Terhadap Morfologi Partikel Silika.....	39
4.2.2	Pengaruh Konsentrasi Terhadap Morfologi Partikel Silika	47
4.3	Kristalinitas Partikel	48
4.4	Luas Permukaan dan Diameter Pori Partikel	49
4.5	Pengaruh Voltase Terhadap Massa Partikel yang dihasilkan	52
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan	54
5.2	Saran	54
DAFTAR PUSTAKA.....		ix
DAFTAR NOTASI		xiii
APPENDIKS.....		xiv

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Ultrasonic Nozzle.....	12
Gambar 2.2 Skema Mekanisme Pembentukan Partikel FASP, FSP, dan VAFS	13
Gambar 2.3 Representasi skematik langkah-langkah penting yang terjadi pada proses <i>spray pyrolysis</i> secara sederhana.....	18
Gambar 2.4 Skema Peralatan <i>Scanning Electromagnetic Microscope</i> (SEM)	20
Gambar 2.5 Skema Peralatan X Ray Diffraction	24
Gambar 3.1 Skema Peralatan <i>Flame Spray Combustor</i>	27
Gambar 3.2 Skema Kolom Kaca <i>Flame Spray Combustor</i>	28
Gambar 3.3 Skema <i>Premixed Burner</i>	28
Gambar 4.1 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 8	34
Gambar 4.2 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 9	34
Gambar 4.3 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 10	35
Gambar 4.4 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 11	36
Gambar 4.5 Grafik Pengaruh pH Terhadap Ukuran Partikel Koloid Silika pada Konsentrasi Silika 0,1 M.....	37
Gambar 4.6 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika pada pH 9 dengan Konsentrasi (a) 0,2 M dan (b) 0,3 M	38
Gambar 4.7 Grafik Pengaruh Konsentrasi Silika pada pH 9 Terhadap Ukuran Partikel Rata – Rata Koloid Silika	38
Gambar 4.8 Hasil Analisa SEM Partikel Silika Konsentrasi Silika 0,1 M pada variable pH (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 dan (d) pH 11.....	40

Gambar 4.9 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,1 M pada Variabel (a) pH 8,	41
Gambar 4.10 Hasil Analisa SEM Partikel Silika Konsentrasi Silika 0,2 M pada variabel pH (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 dan (d) pH 11.....	42
Gambar 4.11 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,2 M pada Variabel (a) pH 8, (b) pH 9, (c) pH 10 dan (d) pH 11	43
Gambar 4.12 Hasil Analisa SEM Partikel Silika Konsentrasi Silika 0,3 M pada variabel pH (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 dan (d) pH 11.....	44
Gambar 4.13 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,3 M pada Variabel (a) pH 8, (b) pH 9, (c) pH 10 dan (d) pH 11	45
Gambar 4.14 Grafik Pengaruh pH Terhadap Diameter Partikel	46
Gambar 4.15 Pertumbuhan Struktural dari Silika	47
Gambar 4.16 Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap Diameter Partikel	48
Gambar 4.17 Hasil Analisa XRD Partikel Silika	49
Gambar 4.18 Hasil Analisa BET pada pH 10 dan Konsentrasi Silika : (a) 0,2 M dan (b) 0,3 M.....	50
Gambar 4.19 Hasil Analisa BET pada Konsentrasi Silika 0,3 M dan pH 9	51

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Tabel Variabel Penelitian.....	28
Tabel 4.1 Pengaruh pH terhadap Luas permukaan dan Diameter Pori partikel.....	50
Tabel 4.2 Pengaruh Konsentrasi terhadap Luas permukaan dan Diameter Pori partikel	51
Tabel 4.3 Massa Partikel yang Dihasilkan pada Variabel Konsentrasi 0,2 M pH 8	52

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silika secara komersial digunakan dalam berbagai macam aplikasi, yaitu sebagai adsorben, katalis, *catalyst carrier* dan filter. Silika yang digunakan tersebut merupakan material yang disiapkan oleh hidrolisis larutan silikat atau dengan hidrolisis turunan silikon terutama tetraklorida silikon dan tetraethoxysilane. Silika dapat diperoleh dalam berbagai bentuk, antara lain sebagai bahan tidak berpori, hidrogel silika dengan diameter pori yang berbeda, bahan *pyrogenic* atau larutan koloid (Lagaly, 1978). Silika juga sedang dikembangkan sebagai bahan *additive* dalam plastic dan karet untuk meningkatkan elastisitas. (Jang, 2006).

Dalam kasus silika amorf tertentu, berbagai metode dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel SiO_2 aerosol, termasuk *spray pyrolysis*, *flame synthesis*, evaporasi termal dan bahkan *spray drying* dari koloid atau endapan partikel. Khususnya di reactor skala industri, aerosol yang dihasilkan biasanya terdiri dari partikel utama berukuran nanometer yang berupa aglomerat yang tinggi. Pembentukan partikel dan pertumbuhan mekanisme aerosol SiO_2 banyak dimodelkan, termasuk sintering SiO_2 melalui aliran viskos dan sintesis fase gas bersuhu tinggi dari SiO_2 untuk mengetahui formasi partikel agglomerate oleh koagulasi dan sintering. Pengembangan lebih lanjut dan peningkatan model untuk memperhitungkan efek dari parameter proses, termasuk suhu, residence time, konsentrasi prekursor, dan laju pendinginan pada tingkat aglomerasi SiO_2 yang mempengaruhi reaksi kimia simultan, koagulasi, dan sintering (Ostraat, 2008).

Proses aerosol secara luas telah banyak diaplikasikan didalam dunia industri untuk memproduksi berbagai macam

partikel. Hal ini disebabkan karena proses ini memiliki banyak keuntungan dibandingkan dengan metode lain yang telah berkembang misalnya metode liquid – solution. Keuntungan yang diperoleh dari proses aerosol dibandingkan proses liquid-solution antara lain tingkat kemurnian dan derajat kristalinitas partikel yang tinggi, waktu produksi yang relatif cepat, serta kontrol morfologi yang baik.

Pada skripsi ini kami akan melakukan pengeringan terhadap koloid silika. Pengeringan merupakan suatu proses pemisahan sebagian besar air dari bahan baik dalam bentuk evaporasi maupun sublimasi sebagai hasil dari penerapan panas. Pengeringan suatu bahan dilakukan dengan tujuan memperpanjang daya simpan produk, mengurangi volume dan berat produk dan sebagai tahapan proses antara. Pengeringan dilakukan baik pada suhu tinggi maupun suhu rendah. Pada pengeringan suhu tinggi berupa penggunaan energi panas untuk merubah fase air menjadi uap dan membuang uap air dalam bahan. Sementara pengeringan suhu rendah merupakan penggunaan energi panas untuk merubah es menjadi uap air dan membuang uap air keluar dari bahan.

Jenis-jenis pengeringan yang banyak digunakan antara lain pengeringan matahari (*sun drying*) pengeringan atmosferik (*solar drying, cabinet drying, tunnel drying, conveyor drying, drum drying, spray drying*, dan pengeringan sub atmosferik (*vacuum drying, freeze drying*). Pemilihan metode pengeringan didasarkan pada kualitas hasil akhir yang diinginkan, sifat bahan dasar dan biaya (Kievet, 1997).

Di berbagai area industri, produk dari proses berupa liquid yang mengandung material padat dalam bentuk terlarut ataupun tersuspensi. Banyak kasus yang menunjukkan bahwa memisahkan material padat dari solvent untuk mendapatkan

material kering itu sangat menguntungkan. Tujuannya adalah untuk menghemat pada biaya pengiriman atau karena material tersebut mempunyai properties yang lebih baik ketika dalam bentuk kering daripada terlarut.

Metode yang akan kami gunakan dalam proses pengeringan koloid silika yaitu *flame spray combustor*. Metode pengeringan jenis ini merupakan pengeringan yang menggunakan bantuan api. Partikel yang dihasilkan dari proses ini terbentuk dari droplet yang menguap dan kemudian terdekomposisi menjadi partikel. Teknologi *flame* yang berkembang saat ini telah diaplikasikan untuk mensintesis material sehingga memiliki focus yang berbeda dibandingkan dengan teknologi pembakaran sederhana dimana sarannya meminimalisasikan emisi pada pembakaran hidrokarbon. Pada proses sintesa partikel dengan metode *flame*, akan dipelajari karakteristik yang berpengaruh terhadap proses pembentukan partikel.

Flame spray combustor memiliki kelebihan yaitu tingkat kemurnian produk yang tinggi, proses kontinyu dan waktu produksi yang relatif cepat. Tetapi *flame spray combustor* juga memiliki kekurangan antara lain terkadang partikel yang dihasilkan memiliki morfologi yang kurang baik dan terdapat *hollow partikel*.

Sebanyak 90% teknologi *flame* telah banyak diaplikasikan di dunia industri untuk membuat partikel dalam fase gas, sehingga metode *flame* menjadi topik menarik untuk diteliti dan dipelajari lebih lanjut. Jumlah volume produksi material dari industri yang berbasis *flame* mencapai jutaan *metric ton* dengan laju produksi rata-rata 100 ton per hari. Keberhasilan dari teknologi ini didasarkan pada pendekatan sederhana dari satu tahap proses. Tetapi kenyataannya proses *flame* sangat kompleks untuk semua karakteristik partikel yang diproduksi karena *flame*

berhubungan dengan waktu tinggal partikel yang relatif singkat (milisekon) dan banyak variabel proses.

Dalam penelitian kami SiO_2 digunakan sebagai model partikel untuk mempelajari proses *flame spray combustor*. Sumber silika yang digunakan sebagai bahan baku dapat diperoleh dari bahan sintesis seperti silika fumed, TEOS (Tetraethyl Ortho Silikate) dan TMOS (Tetra Methyl Ortho Silikate) (Deng et al, 2005). Bahan silika di atas sangat terbatas dan mahal sehingga untuk mengatasi hal tersebut diperlukan alternatif lain untuk mencari sumber silika dari bahan yang murah dan ramah lingkungan seperti *waterglass*. (Balgis & Setyawan, 2010).

1.2 Perumusan Masalah

Salah satu metode pengeringan adalah menggunakan *flame spray combustor*. Kondisi operasi seperti laju alir *fuel* dan udara serta konsentrasi larutan prekursor sangat erat hubungannya dengan proses pembentukan partikel yang selanjutnya berkaitan dengan partikel yang dihasilkan, proses *flame spray combustor* memiliki keuntungan proses kontinyu, satu tahap dan energi yang dibutuhkan lebih murah. Penambahan KOH akan mempengaruhi pH larutan prekursor, dengan berubahnya pH larutan precursor juga akan mempengaruhi ukuran partikel dari silika yang dihasilkan. Dalam penelitian ini difokuskan pada pengaruh pH dan konsentrasi dari larutan prekursor yang digunakan dalam penelitian.

1.3 Batasan Masalah

Silika disintesis dari larutan prekursor yang berasal dari larutan *waterglass* setelah dilewatkan ke resin anion dan kation agar didapat kondisi asam kemudian ditetesi dengan KOH untuk mengatur pH sesuai variabel. Pada percobaan ini digunakan kondisi rate carrier gas, LPG dan Oxidizer yang sama.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki tujuan antara lain:

1. Untuk mensintesa partikel silika dari *waterglass*.
2. Mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi pada proses pembentukan partikel silika menggunakan *flame spray combustor*.

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat mengetahui pengaruh dari pH dan konsentrasi larutan prekursor koloid silika pada proses pengeringan menggunakan *flame spray combustor* dengan sumber silika dari *waterglass*.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik *Waterglass*

Waterglass atau kaca alkali silikat berupa kristal putih yang dapat larut dalam air (*soluble glass*) menghasilkan larutan alkalin. Secara kimia, *waterglass* adalah sodium silikat. Terdapat banyak jenis sodium silikat, antara lain adalah sodium orthosilikat, sodium polisilikat, dan sodium pyrosilikat. *Waterglass* merupakan salah satu jenis gelas/kaca dari sejumlah jenis gelas. Selain *waterglass* terdapat kaca berupa silika lebur, kaca soda gamping (*soda lime glass*), kaca timbal (*lead glass*), kaca timbal silikat alkali, kaca borosilikat, dan kaca alumina silikat (Uhlmann dan Kreidl, 1980).

Waterglass selalu stabil dalam larutan murni dan alkalin. Dalam larutan asam, ion silikat bereaksi dengan ion hidrogen untuk membentuk asam silikat, yang bila dipanaskan dan dibakar akan membentuk silika gel yang keras, bening seperti zat kaca yang dapat menyerap air dengan cepat. Natrium silikat adalah nama umum untuk senyawa dengan rumus $\text{Na}_2(\text{SiO}_2)_n\text{O}$. Salah satu yang terkenal dari seri ini adalah natrium metasilikat, Na_2SiO_3 . Juga dikenal sebagai *waterglass* atau kaca cair, bahan ini tersedia dalam larutan air dan dalam bentuk padat. Komposisi murni tidak berwarna atau putih, tetapi sampel komersial sering kehijauan atau biru karena kehadiran besi yang mengandung kotoran (Greenwood, 1997).

2.2 Karakteristik Silika

Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik maupun kimia. Silika memiliki sifat hidrofilik atau hidrofobik sesuai dengan struktur atau morfologinya. Umumnya

silika banyak digunakan pada industri-industri strategis seperti pasta gigi, perawatan kulit, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (*paper coating*), desikant, pendukung katalis, katalis *polyolefin*, antibloking agent, dan farmasi. Sol silika yang juga bernama *silicic acid hydrosol*, dibentuk dari dispersi SiO_2 koloid, partikel dalam air, dan telah diklasifikasikan menjadi dua kelompok, yaitu basa dan asam silika $\sim 01s$. Dalam tulisan ini, sol silika terkonsentrasi yaitu kandungan SiO_2 lebih dari 30 %. Sol silika memiliki serangkaian sifat menguntungkan, misalnya permukaan spesifik yang besar, adsorbability kuat, properti mengikat baik, tahan api insulativity panas dan telah banyak diterapkan dalam pengecoran, percetakan, industri produksi katalis, tekstil dan kertas, serta agen pengolahan air, bahan pengikat untuk bahan luminescent dan sebagainya. Oleh karena itu sol silika telah dipelajari secara ekstensif dalam ilmu dan teknologi.

2.3 Flame Synthesis

Proses *flame synthesis* dibedakan menjadi dua tipe yaitu *diffusion flame* dan *premixed flame*. Dalam penelitian ini digunakan tipe *premixed flame* karena bahan bakar dan sumber oksigen bercampur pada saluran menuju *burner*. Sedangkan tipe *diffusion flame* reaktan tidak berkontak satu dengan yang lainnya sampai reaktan meninggalkan *burner*, setelah terdifusi secara bersamaan maka dihasilkan zona pembakaran yang bahan bakar (*fuel*) dan oksigen (*oxygen* / udara) terjadi kontak satu sama lain.

Dalam proses *flame synthesis* tipe prekursor dibedakan menjadi dua yaitu gas dan liquid. Pertama, *reactor flame* melibatkan reaksi fase gas dari *precursor* yang terinjeksi secara difusi atau *premixed flame*, tipe ini dinamakan *Vapor-Fed Flame Synthesis* (Strobel dkk, 2007). Energi yang dihasilkan dari pembakaran digunakan untuk mengendalikan hasil reaksi kimia dalam pembentukan spesies dengan tekanan uap yang rendah,

dimana kemudian terjadi nukleasi untuk membentuk partikel, bahkan *gas-feed flame synthesis* hanya digunakan untuk beberapa material yang bersifat *volatile* (Strobel dkk, 2007). Saat ini, *liquid-flame synthesis* telah dikembangkan dengan menggunakan bahan inorganik yang murah atau non volatil prekursor.

Dalam *liquid-fed flame synthesis*, liquid prekursor *solution* disemprotkan dan dikonversi membentuk produk partikel. Morfologi dari partikel akhir tergantung dari tipe precursor dan kondisi operasi dari pembakaran. Kegunaan dari prekursor organik atau ditamapkannya bahan bakar liquid seperti etanol dan propanol pada prekursor adalah untuk menghasilkan partikel – partikel berukuran nanometer (Widiyastuti, 2008). Laju alir bahan bakar dan oksigen yang tinggi berguna untuk menghasilkan daerah pembakaran dengan temperatur tinggi, selain itu partikel submikron dapat disintesis dengan mekanisme yang hampir sama seperti *spray pyrolysis*.

Apabila dibandingkan dengan proses fase gas, *flame synthesis* dari suatu material tidak memerlukan tambahan sumber energi untuk mengkonversi prekursor seperti halnya plasma, laser, atau dinding yang dipanasi secara elektrik sehingga dapat mengurangi *capital investment* proses. Pada *flame process*, energi dihasilkan secara langsung oleh reaksi kimia untuk pembentukan partikel. Energi yang dihasilkan dibebaskan secara cepat melalui radiasi dan konveksi. Berbagai – macam *reactor flame* telah digunakan dan dikelompokkan menurut keadaan dan pensuplai prekursor.

2.4 Metode Pembentukan Partikel

Pada saat ini, banyak kelompok peneliti yang memiliki fokus kepada cara untuk meningkatkan kinerjanya, seperti metode solid-state, metode sol-gel, proses gelombang mikro, sintesis hidrotermal, metode reduksi carbothermal dan teknologi

ultrasonic spray pyrolysis. Metode solid-state adalah metode konvensional untuk mempersiapkan silika. Metode ini sederhana dan mudah untuk industrialisasi. Namun, produknya memiliki partikel yang tidak seragam, bentuk non-kristalin dan membutuhkan waktu sintesis yang cukup lama. Prosedur yang panjang dan kompleks memerlukan proses penggilingan dan kalsinasi secara berulang, dimana akan membentuk partikel yang lebih besar dengan kinerja elektrokimia rendah.

Metode sol-gel adalah metode yang memiliki kelebihan dalam mengendalikan sifat material selama tahap awal dari produksi serbuk, yaitu dengan mencampur secara homogen bahan-bahan awal pada tingkat atom atau molekul. Sol adalah dispersi dari partikel koloid dalam cairan, sedangkan gel merupakan jaringan yang kaku dengan pori –pori berdimensi sub – micrometer dan panjang rata – rata rantai polimer berukuran mikrometer. Selain itu, proses reaksi lebih mudah untuk dikontrol, membutuhkan suhu yang rendah dan peralatan yang sederhana. Namun, sulit untuk diproduksi dalam skala pabrik.

Proses gelombang mikro yaitu microwave receiver melalui penyerapan energi elektromagnetik untuk mencapai proses pemanasan sendiri. Karena materi secara langsung dapat menyerap energi gelombang mikro, jadi proses pemanasan dapat dicapai dengan sangat cepat dan seragam. Oleh karena itu, proses pemanasan keseluruhan jauh lebih cepat daripada pemanasan dengan tungku. Prinsip dasar prinsip gelombang mikro adalah dengan menggunakan karbon aktif sebagai penerima gelombang mikro yang dapat memanaskan *prekursor* secara cepat dan dapat menciptakan atmosfer reduktif untuk mencegah oksidasi besi (II), sehingga tidak perlu gas reduktif atau perlindungan gas inert. Selain itu, karbon aktif sangat murah dan dapat direproduksi (*reproducible*), sehingga proses ini sangat ekonomis. Sintesis

hidrotermal merupakan metode yang berguna untuk mempersiapkan partikel halus. Metode ini memiliki beberapa keuntungan seperti proses sintesis yang sederhana dan konsumsi energi yang rendah.

Metode *ultrasonic spray pyrolysis* adalah teknik yang sangat efektif untuk menghasilkan partikel keramik halus dengan fase kristal yang murni dalam waktu singkat. Dibandingkan dengan partikel yang diproduksi secara konvensional dengan metode solid – state, distribusi ukuran partikel yang sempit dan dapat dikontrol pada rentang submicrometer sampai micrometer, kemurnian produk yang tinggi dan proses sintesis serbuk yang mudah untuk dikontrol.

Keuntungan dari reaktor flame adalah (Kodas& Smith, 1999) :

- a. Oksida – oksida sederhana dengan mudah dapat dihasilkan dalam waktu yang pendek (dalam beberapa detik)
- b. Sistem sederhana dan relatif tidak mahal untuk dibuat dan dioperasikan
- c. Dapat digunakan pada prekursor yang volatile atau tidak volatile
- d. Kemurnian tinggi
- e. Range ukuran partikel yang dapat dibuat besar

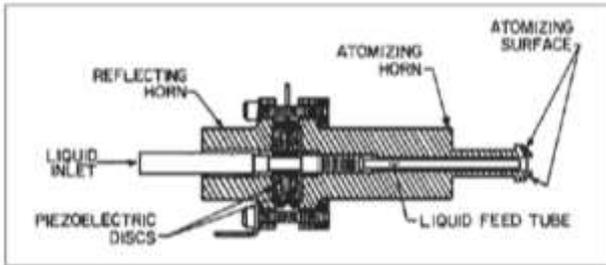
Kerugian dari reaktor flame adalah (Kodas& Smith, 1999):

- a. Pembentukan agglomerate pada banyak kondisi
- b. Distribusi ukuran partikel yang besar
- c. Profil aliran dan temperatur yang tidak seragam
- d. Sulit digunakan untuk menghasilkan banyak material terutama yang mudah teroksidasi seperti golongan nitrit, borit dll

- e. Properties partikel dipengaruhi dengan signifikan oleh pencampuran dari precursor

2.5 Ultrasonic Atomization

Ultrasonic Nozzle adalah sebuah perangkat yang didesain untuk menghasilkan getaran dari amplitudo yang dibutuhkan untuk menghasilkan gelombang kapiler yang tak stabil yang dapat mengkarakteristikan *ultrasonic atomization*. Berikut adalah gambar mengenai *ultrasonic nozzle*.



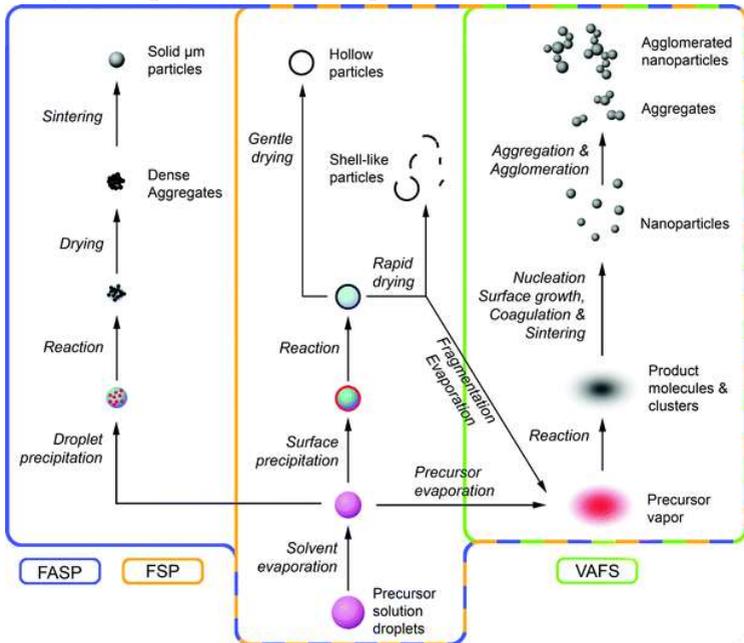
Gambar 2.1 Ultrasonic Nozzle

Nozzle ini adalah sebuah perangkat akustik yang bergetar yang mengandung sepasang dari unsur transduser *piezoelektrik* yang terletak ditengah-tengah bagian *titanium horn*. Transduser mampu untuk mengonversikan energi listrik dengan frekuensi tinggi menjadi gerakan mekanik berfrekuensi tinggi. Pasangan dari elektroda timah berlapiskan tembaga menyediakan jalan tembus yang mana energi listrik berfrekuensi tinggi dapat masuk ke dalam perangkat. Jika unsur – piezo berkontak dengan liquid maka akan menghasilkan gelombang elektronik. (Schroe 2016)

2.6 Mekanisme Pembentukan Partikel

Konversi liquid menjadi solid dapat diklasifikasikan sebagai proses kimia maupun fisik. Proses kimia yang pada reaksi prekursor dan berkaitan dengan *spray pyrolysis* adalah reaksi fase droplet untuk membentuk produk liquid atau solid dan reaksi gas-

solid untuk membentuk produk solid. Sementara proses fisik terjadi pada pengeringan atau pendinginan yang melibatkan *spray pyrolysis*. Perbedaan utama antara proses kimia dan fisik adalah pada proses kimia prekursor mengalami reaksi kimia untuk membentuk produk yang mengandung beberapa elemen pada prekursor. Sedangkan pada proses fisik tidak terjadi reaksi kimia sehingga komposisi reaktan dan produk seringkali sama.



Gambar 2.2 Skema Mekanisme Pembentukan Partikel FASP, FSP, dan VAFS

Vapor – fed aerosol flame synthesis (VAFS) adalah proses pembakaran atau hidrolisis prekursor yang volatil dalam komponen hidrokarbon, hydrogen, atau halida. Dalam proses ini, partikel dibentuk setelah prekursor terkonversi melalui nukleasi dari fase gas dan kemudian tumbuh oleh reaksi permukaan atau

koagulasi setelah itu saling berdekatan membentuk partikel yang lebih besar. VAFS banyak diaplikasikan pada industri untuk memproduksi partikel dari silika/fumed, alumina, dan pigmen titanium. Bahkan, ketersediaan dari volatil prekursor terbatas hanya pada sedikit bahan.

Liquid-fed aerosol flame synthesis (LAFS) lebih fleksibel karena digunakan non-volatil prekursor yang lebih mudah didapat. *Carbon black* dapat dibuat dengan metode LAFS, atau lebih dikenal dengan proses furnace. Pada umumnya larutan prekursor, emulsi atau *slurry* dispray dan terkonversi menjadi produk partikel evaporasi dari keseluruhan prekursor menunjukkan padatan nanopartikel dalam VAFS. Sedangkan droplet yang tidak ter-evaporasi secara sempurna menghasilkan partikel berbentuk *hollow* dan *shell* dengan ukuran mikron. Spraying disempurnakan dengan atomisasi larutan melewati alat bantu konvensional udara atau *nozzle ultrasonic*. Kemudian prekursor diuapkan dengan bantuan sumber panas luar untuk proses pembakaran. Untuk larutan organik dengan kandungan entalpi yang tinggi dipilih *small pilot flame* sehingga dapat menjadi sumber pemicu terjadinya pembakaran serta menjaga pembakaran spray. Proses ini dinamakan *Flame Spray Pyrolysis* (FSP). Sedangkan precursor inorganic dengan kandungan entalpi larutan yang rendah digunakan pembakaran eksternal sebagai sumber panas yang dihasilkan oleh dinding pemanas dari *classic spray pyrolysis*. Proses ini dinamakan *Flame – Assisted Spray Pyrolysis* (FASP).

Partikel yang dihasilkan pada proses pembakaran dapat dipisahkan dengan *filter*, *cyclone*, atau *electrostatic precipitators* (EP). Sebagai alternatif dari pengumpulan produk dapat dilakukan deposisi langsung pada plat datar, tube, fibre, atau substrat busa. Demikian juga deposisi dapat terjaid akibat

perbedaan temperatur substrat dengan perbedaan morfologi partikel mempengaruhi struktur film dan tekstur partikel.

Langkah umum pada semua proses yang menggunakan reaktan liquid atau solid yang terdispersi pada liquid adalah pembentukan droplet yang mengandung prekursor dengan menggunakan *aerosol generator*. Pada *spray pyrolysis*, sebagai contoh reaksi kimia, droplet dilewatkan melalui lingkungan dengan temperatur tinggi, di mana solvent menguap dan prekursor bereaksi membentuk produk. Skema proses *spray pyrolysis* dapat dilihat pada Gambar 2.3. Seringkali tujuannya adalah untuk menyiapkan material kompleks dari sebuah larutan yang mengandung beberapa jenis reagent. Variasi dari proses ini adalah melibatkan prekursor solid ke dalam droplet prekursor liquid dan mereaksikannya di dalam sebuah aliran gas yang dipanaskan.

Flame pyrolysis melibatkan pelepasan droplet menuju *flame* yang menyediakan sumber energi yang dapat menghasilkan reaksi kimia intrapartikel yang menyebabkan konversi reagen menjadi produk akhir. Proses ini analog dengan *spray pyrolysis* biasa, kecuali bahwa energi termal diberikan oleh *flame* dan bukan oleh *furnace*. Perbedaan signifikan antara kedua metode pemanasan adalah gradien temperatur (lebih besar pada *flame* dibandingkan *furnace*), *residence times* (lebih singkat pada *flame* dibandingkan di dalam *furnace*), dan paparan spesies kimia yang terbentuk sebagai hasil pembakaran yang tidak terdapat pada reaktor *spray pyrolysis*. Ada kemungkinan bahwa kebanyakan material inorganik akan terbentuk dengan *flame pyrolysis* karena material organik terbakar pada temperatur *flame* tertentu. (Kodas et al.,1999).

Pada prekursor solid, mekanisme yang terjadi berbeda. Ada tiga kemungkinan, dalam pembentukan partikel

menggunakan partikel submicron-micron sebagai prekursor, yaitu: nanopartikel, nanopartikel dan partikel dengan ukuran mengecil dan partikel yang relatif tidak berubah ukurannya. Nanopartikel dimulai dari penguapan prekursor solid untuk menghasilkan uap atau monomer – monomer (molekul – molekul). Partikel terbentuk disebabkan oleh nukleasi dari uap ketika supersaturation terjadi baik oleh peningkatan konsentrasi uap atau karena penurunan suhu. Partikel pertama yang terbentuk oleh proses nukleasi disebut cluster – cluster. Cluster – cluster ini selanjutnya tumbuh melalui koagulasi dengan cluster atau partikel lainnya dan kondensasi dengan monomer.

Adakalanya supersaturation terjadi ketika evaporasi dari prekursor partikel tidak sempurna, menghasilkan ukuran bimodal. Terdiri dari partikel submicron – micron dengan ukuran lebih kecil dari ukuran awal dan nanopartikel yang timbul dari sintesis partikel fase gas. Ukuran partikel yang relative tidak berubah terjadi ketika partikel awal tidak mengalami evaporasi. Hal ini disebabkan karena temperatur cukup rendah untuk menginisiasi terjadinya evaporasi. (Widiyastuti dkk, 2009)

Dasar dari mekanisme pembentukan partikel adalah penguapan pelarutan dan difusi zat terlarut yang merupakan hubungan dari prinsip perpindahan momentum, panas dan massa.

Pada mulanya droplet partikel akan dibentuk dari *ultrasonic nebulizer*. Droplet kemudian akan dibawa carrier gas menuju burner, saat itu maka akan terjadi evaporasi sebanyak dua tahap. Pada tahap evaporasi yang pertama, terjadi penguapan pelarut pada permukaan terluar droplet sehingga akan menyebabkan konsentrasi solute menjadi lebih tinggi, sehingga tercapai titik jenuh pada droplet, sehingga terjadi peristiwa presipitasi. Pada tahap evaporasi kedua, maka solute yang belum teruapkan akan tertahan dan terjadi boiling, yang akan

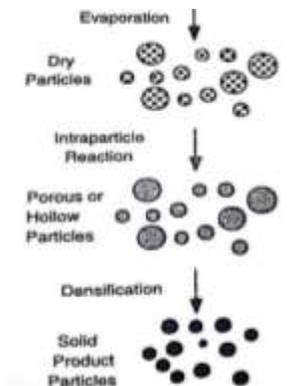
menyebabkan tekanan di dalam droplet menjadi lebih besar, sehingga dengan tekanan tinggi akan menyebabkan pecahnya droplet menjadi partikel – partikel dengan ukuran lebih kecil. Pemecahan ini akan terjadi jika, permeabilitas dari droplet setelah evaporasi pertama bernilai rendah (Widiyastuti, 2010).

Ada tiga macam proses pembentukan partikel melalui droplet.

1. Droplet dari precursor menuju burner dan solventnya mengalami penguapan. Ukuran dari droplet akan mengecil. Partikel dalam droplet mengelompokkan didalam bola droplet, kemudian mengalami reaksi. Setelah pengeringan akan diperoleh partikel yang berbentuk bola-bola dan partikel berukuran micron.
2. Droplet dari precursor menuju burner dan solventnya mengalami penguapan. Ukuran dari droplet akan mengecil. Partikel dalam droplet tidak mengelompok didalam bola droplet, tetapi mengalami presipitasi dipermukaan. Kemudian mengalami reaksi. Setelah pengeringan akan diperoleh partikel yang berbentuk hollow. Jika pengeringan dilakukan dengan cepat, maka hollow ini akan pecah.
3. Droplet dari precursor menuju burner. Solvent dan precursornya mengalami penguapan dan kemudian bereaksi. Partikel yang dihasilkan berukuran bola dan berukuran nano. Partikel bisa saja mengalami penggumpalan dan berbentuk anggur.

Prekursors in liquid

Gambar 2.3 Representasi skematik langkah-langkah penting yang terjadi pada proses *spray pyrolysis* secara sederhana



2.7 Metode

2.7.1 Scanning Microscope

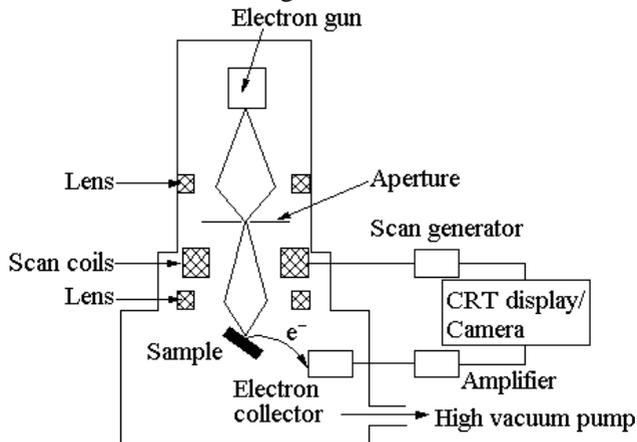
Electromagnetic adalah jenis yang gambar sampel dengan sinar

Elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, memproduksi berbagai sinyal yang dapat dideteksi dan yang berisi informasi tentang sampel permukaan topografi dan komposisi. Berkas elektron umumnya dipindai dalam raster memindai pola, dan posisi balok dikombinasikan dengan sinyal terdeteksi untuk menghasilkan gambar. SEM dapat mencapai resolusi lebih baik

Analisa Electromagnetic

Scanning Microscope (SEM) mikroskop elektron menghasilkan dengan memindai terfokus elektron .

dari 1 nanometer. Spesimen dapat diamati dalam vakum tinggi, di vakum rendah, dan (di SEM lingkungan) dalam kondisi basah. Mikroskop elektron scanning (SEM) menggunakan sinar terfokus electron berenergi tinggi untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan specimen padat. Sinyal yang berasal dari electron berinteraksi dengan sampel dan memberikan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, dan struktur kristal serta orientasi dari bahan yang membentuk sampel. Pada kebanyakan aplikasi, data yang dikumpulkan dalam area yang dipilih dari permukaan sampel, dan gambar 2 dimensi yang dihasilkan menampilkan variasi spasial di property ini. SEM juga mampu melakukan analisis lokasi titik yang dipilih pada sampel. Komponen penting dari semua SEM adalah sebagai berikut: Sumber Elektron, Lensa elektron, Sampel Tahap, Detektor untuk semua sinyal bunga, Perangkat output display / Data. Persyaratan Infrastrukturnya adalah Power Supply, Vacuum Sistem, Sistem pendingin, vibration-free floor, ruangan bebas dari medan magnet dan listrik ambient.



Gambar 2.4 Skema Peralatan *Scanning Electromagnetic Microscope* (SEM)

Elektron dipercepat dalam SEM membawa sejumlah besar energy kinetic, dan energy ini hilang saat berbagai sinyal dihasilkan oleh interaksi electron-sampel. Sinyal ini meliputi elektron sekunder (yang menghasilkan gambar SEM), *electron backscattered* (BSE), *electron backscattered* difraksi (EBSD yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dan orientasi mineral), foton (karakteristik sinar-X yang digunakan untuk analisis unsure dan kontinum X-ray), cahaya tampak (cathodoluminescence-CL), dan panas. Elektron sekunder dan *electron backscattered* biasanya digunakan untuk sampel pencitraan, electron sekunder berfungsi untuk menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel. Elektron *backscattered* berfungsi untuk menggambarkan kontras dalam komposisi sampel multifasa. X-ray generasi diproduksi oleh tumbukan inelastic dari electron dengan electron dalam insiden orbitals diskrit (shell) dari atom dalam sampel. Analisa SEM dianggap non-destruktif yaitu sinar-X yang dihasilkan oleh interaksi electron tidak menyebabkan hilangnya volume sampel, sehingga memungkinkan untuk menganalisis bahan yang sama berulang kali

Kelebihan SEM adalah tidak bisa dibilang tidak ada instrumen lain dengan luasnya aplikasi dalam studi bahan padat yang membandingkan dengan SEM. SEM sangat penting dalam semua bidang yang membutuhkan karakterisasi bahan padat. Kebanyakan SEM adalah relatif mudah dioperasikan, dengan user-friendly "intuitif" antarmuka. Banyak aplikasi memerlukan persiapan sampel minimal. Untuk banyak aplikasi, akuisisi data cepat (kurang dari 5 menit / gambar untuk SEI, BSE, tempat EDS

analisis.) SEM modern menghasilkan data dalam format digital, yang sangat portabel.

Kekurangan SEM adalah sampel harus solid dan mereka harus masuk ke dalam ruang mikroskop. Ukuran maksimum dalam dimensi horisontal biasanya di urutan 10 cm, dimensi vertikal umumnya jauh lebih terbatas dan jarang melebihi 40 mm. Untuk kebanyakan instrumen sampel harus stabil dalam ruang hampa pada urutan 10^{-5} - 10^{-6} torr. Sampel cenderung outgas pada tekanan rendah (batuan jenuh dengan hidrokarbon, "basah" sampel seperti batu bara, bahan organik atau pembengkakan tanah liat, dan sampel cenderung membakar sampai pecah pada tekanan rendah) tidak cocok untuk pemeriksaan konvensional SEM. Namun, "vakum rendah" dan "lingkungan" SEM juga ada, dan banyak jenis sampel dapat berhasil diperiksa dalam instrumen khusus. EDS detektor pada SEM tidak dapat mendeteksi unsur-unsur sangat ringan (H, He, dan Li), dan masih banyak instrumen tidak dapat mendeteksi unsur dengan nomor atom kurang dari 11 (Na). Kebanyakan SEM menggunakan keadaan detektor x-ray padat (EDS), dan sementara detektor ini mudah untuk memanfaatkan sangat cepat dan, mereka memiliki resolusi energi yang relatif miskin dan kepekaan terhadap elemen hadir dalam kelimpahan rendah bila dibandingkan dengan panjang gelombang dispersif detektor x-ray (WDS) pada kebanyakan probe elektron microanalyzers (EPMA). Sebuah lapisan konduktif elektrik harus diterapkan untuk isolasi elektrik sampel untuk studi di konvensional SEM, kecuali instrumen yang mampu beroperasi dalam mode vakum rendah. (www.serc.carleton.edu)

Kelebihan SEM antara lain

1. Kuat dan cepat (<20 menit) teknik untuk identifikasi mineral yang tidak diketahui

2. Dalam kebanyakan kasus, ia menyediakan penentuan mineral ambigu
3. Persiapan sampel minimal yang diperlukan
4. Unit XRD tersedia secara luas
5. Interpretasi data adalah relatif lurus ke depan

Kekurangan SEM antara lain :

1. Bahan fase homogen dan tunggal yang terbaik untuk identifikasi yang tidak diketahui
2. Harus memiliki akses ke file referensi standar senyawa anorganik (d-jarak, hkt s)
3. Membutuhkan persepuluh gram bahan yang harus ditumbuk menjadi bubuk
4. Untuk bahan campuran, batas deteksi adalah ~ 2% dari sampel
5. Untuk penentuan sel satuan, pengindeksan pola sistem kristal non-isometrik rumit

Overlay puncak mungkin terjadi dan memburuk untuk 'refleksi' angle tinggi

2.7.2 X-Ray Diffraction

X-ray Diffraction adalah teknik analisis yang cepat terutama digunakan untuk identifikasi fase dari bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang dimensi sel satuan. Alat X-ray difraktometer ini terdiri dari tiga elemen dasar: sebuah tabung sinar-X, pemegang sampel, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan dalam tabung sinar katoda dengan memanaskan filament untuk menghasilkan electron, mempercepat electron menuju target dengan menerapkan tegangan dan menembak bahan target dengan electron. Ketika electron memiliki energi yang cukup untuk mengeluarkan electron shell dalam diri bahan target, karakteristik spectrum sinar-X dihasilkan. Spektrum ini terdiri dari beberapa komponen $K\alpha$ yang paling umum dan $K\beta$.

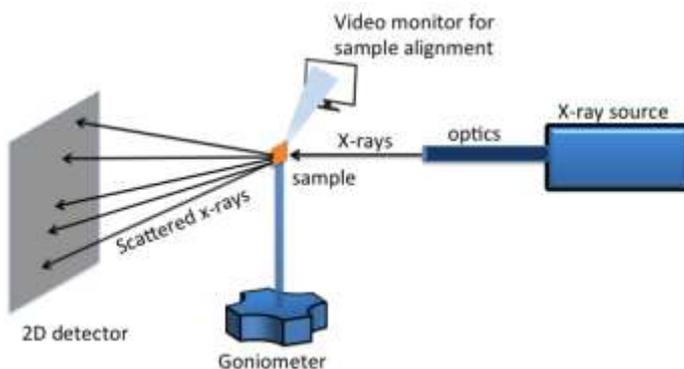
$K\alpha$ terdiri dari $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$. $K\alpha_1$ memiliki panjang gelombang lebih pendek dan dua kali intensitas sebagai $K\alpha_2$.

Aplikasi lain meliputi:

1. Karakterisasi bahan kristal
2. Identifikasi mineral fine-grained seperti tanah liat dan lapisan lempung campuran yang sulit untuk menentukan optik
3. Penentuan dimensi sel satuan
4. Pengukuran kemurnian sampel

Dengan teknik khusus, XRD dapat digunakan untuk:

1. Menentukan struktur kristal dengan menggunakan Rietveld refinement
2. Menentukan jumlah modal mineral (analisis kuantitatif)
3. Ciri film tipis sampel dengan:
 - a. menentukan kisi mismatch antara film dan substrat dan untuk menyimpulkan stres dan ketegangan
 - b. menentukan kerapatan dislokasi dan kualitas film dengan goyang pengukuran kurva
 - c. mengukur superlattices dalam struktur epitaxial berlapis-lapis
 - d. menentukan ketebalan, kekasaran dan kepadatan film menggunakan melirik kejadian X-ray pengukuran reflektifitas
4. Membuat pengukuran tekstur, seperti orientasi butir, dalam sampel polikristalin



Gambar 2.5 Skema Peralatan X Ray Diffraction

2.8 Penelitian Terdahulu

Penelitian sebelumnya tentang studi pembentukan koloid silia via sodium silicate dilakukan oleh Ming Hyong Tsai (2004). Silicic acid aktif dibuat dengan melewati larutan sodium silicate melalui sebuah kolom yang berisi resin penukar kation. Silicic acid aktif dititrasi dengan larutan KOH yang sebelumnya dipanaskan sesuai suhu yang diinginkan. Penelitian ini menunjukkan bahwa ukuran partikel koloid silika rata – rata tidak berubah secara signifikan pada suhu pembentukan dibawah 80°C. Tetapi ukuran partikel koloid silika rata – rata meningkat pada suhu 100°C saat konsentrasi KOH diatas 1% berat. Ukuran partikel koloid silika rata – rata meningkat dengan menaikkan suhu pembentukan / menaikkan konsentrasi KOH.

Hee Dong Jang, Hankwon Chang, Yongjae Suh, Kikuo Okuyama (2006) melakukan penelitian mengenai sintesis nanopartikel SiO₂ dari droplet tetraethyl orthosilicate yang dispray menggunakan flame spray pyrolysis. Nanopartikel yang dihasilkan dari penelitian ini yaitu partikel yang berbentuk sphere dengan diameter partikel rata – rata antara 12 hingga 47 nm. Nanopartikel SiO₂ ukuran lebih besar dapat disintesis saat laju alir

oksigen dan hydrogen menurun dalam flame. Diameter partikel rata – rata meningkat selama waktu tinggal precursor meningkat dengan mengontrol laju alir gas pembawa. Struktur Kristal dari seluruh produk SiO₂ yang dihasilkan bersifat amorf.

Usama Zulficar, Tayyab Subhani, S. Wilayat Husain (2015) melakukan sintesis nanopartikel silika dari sodium silicate dalam kondisi basa. Sol silika didapatkan dengan mengencerkan Sodium Silicate Solution (SSS) dengan aquades yang kemudian diberi penambahan ethanol atau ammonia. Dari penelitian didapatkan bahwa ukuran nanopartikel silika menurun dengan meningkatnya jumlah ammonia dalam sistem reaksi. Sedangkan meningkatkan jumlah ethanol akan meningkatkan ukuran partikel beserta distribusi ukuran partikel. Dari hasil XRD mengindikasikan silika yang terbentuk amorf dan hasil FTIR mengkonfirmasi adanya jaringan silika dalam nanopartikel yang dihasilkan.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

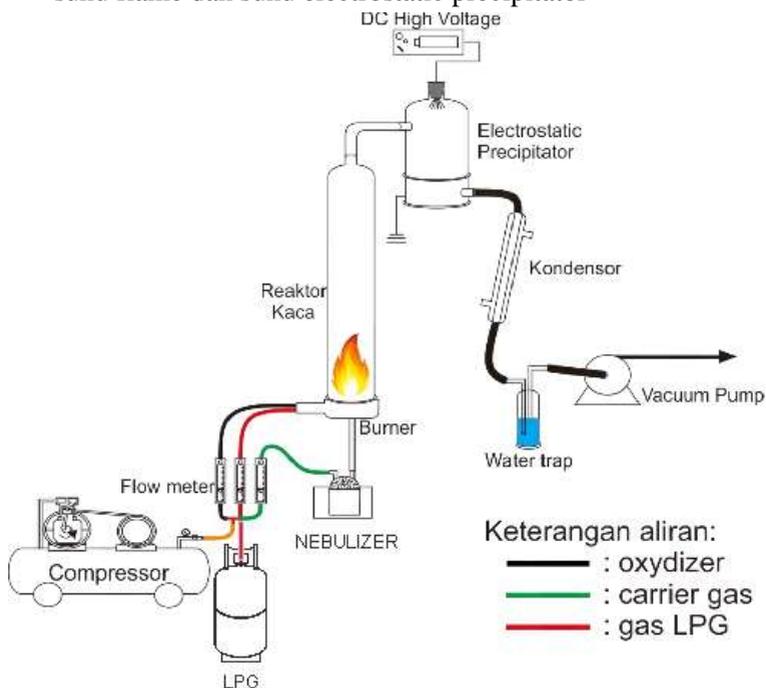
Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Kristal KOH 98% berat
2. *Waterglass* Na₂O 8% berat, SiO₂ 27% berat
3. HCl 37%
4. Aquadest
5. Gas LPG
6. Udara bertekanan

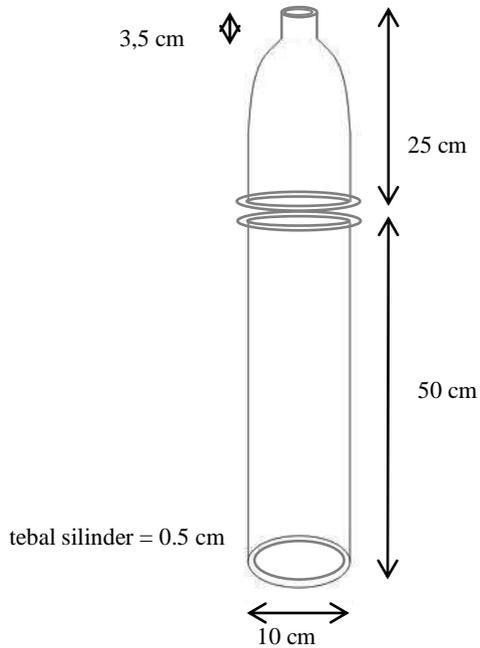
Peralatan yang digunakan di dalam penelitian ini adalah:

1. *Flowmeter* (KOFLOC RK 1200, Jepang) berfungsi sebagai pengukur laju aliran *carrier gas*, oksigen, dan *fuel gas*.
2. *Ultrasonic nebulizer* (OMRON NE-U17, Jepang) berfungsi sebagai penghasil droplet larutan yang akan dispray menuju zona pembakaran.
3. *Burner (homemade)* berfungsi sebagai sumber panas.
4. *Electrostatic presipitator (homemade)* berfungsi menangkap partikel SiO₂ yang dihasilkan pada proses *flame spray pyrolysis*.
5. *Water trap (homemade)* berfungsi untuk menampung kondensat dan menangkap partikel yang masih lolos dari *electrostatic presipitator*.
6. *Vacuum pump* (1-stage vacuum pump, KW 19-534, 1/2 HP) berfungsi untuk menarik gas hasil sintesa *flame spray pyrolysis*.
7. *Compressor* udara (Hitachi, 0.75OU-8.5S, USA) berfungsi untuk menghasilkan udara dengan tekanan yang lebih tinggi.
8. *Light meter* (Digital Instruments LX-1120) berfungsi untuk mengukur intensitas cahaya matahari saat penelitian.

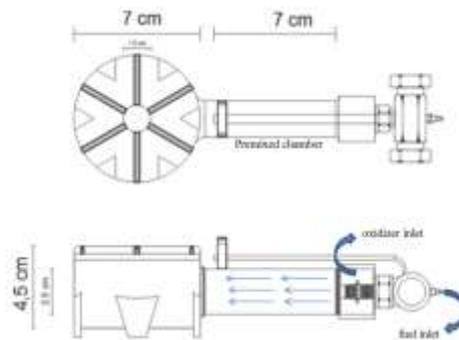
9. *Thermocouple* (AS-ONE, Jepang) berfungsi untuk mengukur suhu flame dan suhu electrostatic precipitator



Gambar 3.1 Skema Peralatan *Flame Spray Combustor*



Gambar 3.2 Skema Kolom Kaca *Flame Spray Combustor*



Gambar 3.3 Skema *Premixed Burner*

3.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

Kondisi operasi yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Laju alir carrier gas sebesar 3 L/menit
2. Laju alir LPG sebesar 1,5 L/menit
3. Laju alir oksidizer sebesar 73 L/menit

Tabel 3.1 Variabel Penelitian

Prekursor	pH	Konsentrasi		
		0,1 M	0,2 M	0,3 M
Silika dari <i>Waterglass</i>	8			
	9			
	10			
	11			

3.3 Prosedur Percobaan

Penelitian ini terbagi menjadi 2 tahap, yaitu pembuatan larutan prekursor silika dan pengeringan partikel dengan menggunakan peralatan *flame spray combustor*.

3.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor

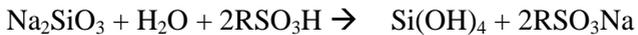
Sol silika atau yang disebut juga *silicic acid hydrosol* dibentuk dari disperse partikel SiO_2 koloid dalam air. Sumber SiO_2 didapatkan dari *waterglass* (*sodium silicate*). Pembuatan larutan prekursor dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut:

Larutan prekursor dibuat dengan cara melarutkan *waterglass* ke dalam aquadest pada temperatur $60\text{ }^\circ\text{C}$ kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang ($30\text{ }^\circ\text{C}$). Selanjutnya larutan ini dilewatkan ke dalam resin kation yang sudah diaktivasi. Aktivasi resin kation menggunakan larutan HCl 2N. Untuk mengaktifkannya, resin yang akan digunakan dilewatkan larutan HCL 100 ml terlebih dahulu agar resin dalam keadaan

asam. Reaksi aktivasi resin kation dapat dijelaskan sebagai berikut:



Setelah diaktivasi, resin dibilas menggunakan aquadest sebelum dikontakkan dengan waterglass, hal ini dimaksudkan agar resin bebas dari klorin. Di dalam resin kation terjadi pertukaran ion Na^+ dari larutan dengan ion H^+ . Prosesnya dapat dijelaskan dengan reaksi berikut:



Kemudian larutan asam silikat tersebut ditambahkan 0,1 M KOH kemudian larutan tersebut diaduk menggunakan stirrer untuk menaikkan pH sampai 7. Ketika dalam kondisi basa larutan tersebut terpolimerisasi dan membentuk koloida partikel silika. Dalam pembuatan sol silika yang perlu diperhatikan adalah pH sol yang terbentuk. Sol silika dikatakan stabil saat $\text{pH} \pm 1 - 3$ dan $\text{pH} \pm 7$. Agar pH bisa dijaga tidak terlalu besar, kontrol pH dilakukan menggunakan pHmeter. Untuk menaikkan pH sesuai variable ditambahkan KOH sedikit demi sedikit dengan larutan tetap diaduk menggunakan stirrer agar larutan homogen.

3.3.2 Pengeringan Partikel

Rangkaian alat penelitian ini tersusun seperti pada Gambar 3.1. Penelitian ini dimulai dengan meletakkan larutan prekursor yang telah dibuat sebelumnya ke dalam *ultrasonic nebulizer*. *Untrasonic nebulizer* akan mengubah bentuk larutan prekursor menjadi droplet – droplet. Droplet – droplet tersebut kemudian akan dibawa oleh udara yang berperan sebagai pembawa gas (*carrier gas*). Carrier gas ini sebelumnya telah dialirkan melewati silica gel untuk menghilangkan kandungan airnya. Droplet – droplet larutan prekursor dibawa menuju cyclone untuk didapatkan droplet – droplet dengan ukuran yang lebih kecil dan lebih seragam. Laju *oxydizer* diset 4 L/menit.

Oxydizer diperlukan sebagai udara pembakar karena bila tidak ada udara dari *oxidizer*, *flame* akan mati. Sedangkan laju *carrier gas* diset 3 L/menit dan rate *fuel gas* sebesar 1,5 L/menit. Untuk penelitian ini digunakan kondisi operasi dengan suhu 150 °C dan tekanan 20 psi.

Kemudian droplet yang mengandung koloid silika dibawa menuju *burner* dan masuk ke dalam *reaktor* untuk dikeringkan menjadi partikel. Partikel SiO₂ terbentuk pada saat proses pengeringan di reaktor kolom kaca. Aliran keluar reaktor akan masuk ke dalam *electrostatic precipitator* yang berfungsi untuk menangkap partikel yang dihasilkan. Sisa gas pembakaran akan dihisap menggunakan vacuum pump dan terus dialirkan menuju kondensor untuk mengkondensasi uap air yang terkandung di dalamnya. Air yang terkondensasi kemudian ditangkap dalam *water trap* sedangkan gas sisa pembakaran akan dibuang melalui saluran pembuangan.

3.3.3 Karakterisasi Partikel

Morfologi partikel yang dihasilkan melalui flame spray combustor dianalisa menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) dengan tipe Zeiss Evo MA LS, Cambridge, England. Untuk menganalisa kristalinitas partikel digunakan XRD (X Ray Diffraction) dan tipe X'pert Philips, Netherland. Sedangkan untuk menganalisa luas permukaan menggunakan analisa BET (Brunauer – Emmet – Teller).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesa partikel silika dari waterglass dan mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi pada proses pengeringan silika menggunakan *flame spray combustor*. Untuk mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi maka kami tetapkan variabel pH sebesar 8, 9, 10, 11 dan variabel konsentrasi sebesar 0,1; 0,2; dan 0,3.

Dari variabel percobaan yang sudah dilakukan didapatkan hasil yang bervariasi pula. Berdasarkan variabel percobaan yang telah dilakukan, maka didapatkan hasil dan analisa dari penelitian ini yaitu :

1. Distribusi Ukuran Partikel
2. Morfologi Partikel
3. Kristalinitas Partikel
4. Luas permukaan dan Diameter pori Partikel

4.1 Distribusi Ukuran Partikel (*Particle Size Distribution*)

Sol silika (silicic acid hydrosol) dibentuk dari disperse partikel SiO₂ koloid di dalam air. Sumber SiO₂ didapat dari waterglass. Silicic acid terbentuk dengan cara melewati waterglass yang telah diencerkan dengan aquadest ke dalam resin kation. Di dalam penelitian ini digunakan konsentrasi silika sebesar 0,1 M; 0,2 M; dan 0,3 M. Sol silika dibuat dengan melarutkan sejumlah waterglass ke dalam aquadest pada suhu 60oC. Aktivasi resin kation menggunakan larutan HCl 2N. Setelah diaktivasi resin dibilas dengan aquadest sebelum dikontakkan dengan waterglass, hal ini dimaksudkan agar resin bebas dari ion klorin.

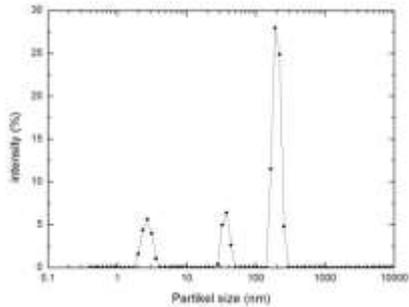
Dalam pembuatan sol silika yang perlu diperhatikan adalah pH sol yang terbentuk. Sol silika dikatakan stabil saat pH

$\approx 1-3$ dan $\text{pH} \approx 7$. Larutan waterglass yang telah ditukar kation memiliki kisaran pH antara 1-4 sehingga dapat dikatakan bahwa sol silika yang terbentuk sudah stabil. Kemudian koloid silika ditambahkan KOH 0,1 M hingga pH yang diinginkan. Dalam penelitian ini digunakan pH sebesar 8 hingga 11. Sol silika yang telah dibuat selain dikeringkan menggunakan Flame Spray Combustor juga dianalisa distribusi ukuran partikelnya menggunakan *Particle Size Analyzer* (Malvern Zetasizer) untuk mengukur distribusi ukuran partikel koloid rata – rata.

4.1.1 Pengaruh pH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel

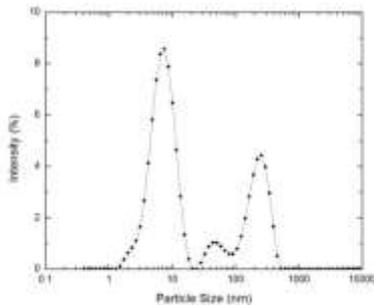
Pada penelitian ini digunakan pH larutan precursor yang bervariasi, yaitu antara 8 hingga 11. Larutan precursor dianalisa distribusi ukuran partikel menggunakan Particle Size Analyzer atau bisa disebut Particle Size Distribution (Malvern Zetasizer) untuk mengetahui distribusi ukuran partikel koloid silika sebelum dispray, sehingga nantinya dapat dibandingkan ukuran partikel sebelum dan sesudah dilakukan pengeringan.

Particle Size Distribution (PSD) merupakan uji analisa yang dapat digunakan untuk menentukan profil distribusi ukuran partikel. Instrumen yang digunakan untuk menganalisa ditribusi ukuran partikel menggunakan *Laser Diffraction* (LD). Laser ini menggunakan panjang gelombang sepanjang 633 nm yang nantinya akan mendifraksi partikel – partikel koloid. Berikut adalah hasil analisa distribusi ukuran partikel rata – rata yang terbentuk.



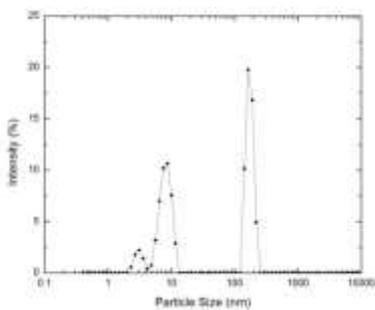
Gambar 4.1 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika
Konsentrasi 0,1 M pH 8

Grafik diatas menunjukkan bahwa distribusi partikel koloid silika konsentrasi 0,1 M pH 8 merupakan polydisperse dilihat dari adanya peak yang lebih dari 1. Dari hasil perhitungan didapatkan ukuran partikel koloid rata – rata sebesar 144,682 nm. Nilai tersebut tidak konsisten dengan diameter partikel rata – rata setelah pengeringan hasil analisa SEM yang bernilai 149,162 nm pada konsentrasi dan pH yang sama.



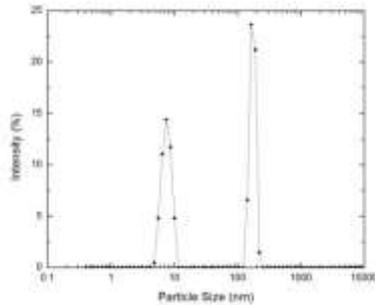
Gambar 4.2 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika
Konsentrasi 0,1 M pH 9

Grafik diatas menunjukkan bahwa distribusi partikel koloid silika konsentrasi 0,1 M pH 9 merupakan polydisperse dilihat dari adanya peak yang lebih dari 1. Dari hasil perhitungan didapatkan ukuran partikel koloid rata – rata sebesar 76,6 nm. Nilai tersebut lebih kecil daripada diameter partikel rata – rata setelah pengeringan hasil analisa SEM yang bernilai 155,5214 nm pada konsentrasi dan pH yang sama.



Gambar 4.3 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 10

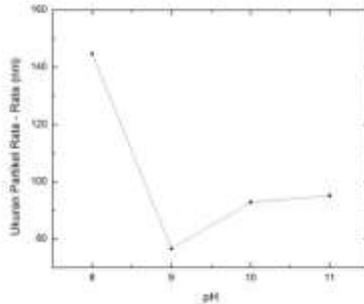
Grafik diatas menunjukkan bahwa distribusi partikel koloid silika konsentrasi 0,1 M pH 10 merupakan polydisperse dilihat dari adanya peak yang lebih dari 1. Dari hasil perhitungan didapatkan ukuran partikel koloid rata – rata sebesar 92,833 nm. Nilai tersebut lebih kecil daripada diameter partikel rata – rata setelah pengeringan hasil analisa SEM yang bernilai 216,53 nm pada konsentrasi dan pH yang sama.



Gambar 4.4 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika Konsentrasi 0,1 M pH 11

Grafik diatas menunjukkan bahwa distribusi partikel koloid silika konsentrasi 0,1 M pH 11 merupakan polydisperse dilihat dari adanya peak yang lebih dari 1. Dari hasil perhitungan didapatkan ukuran partikel koloid rata – rata sebesar 95,1 nm. Nilai tersebut lebih kecil daripada diameter partikel rata – rata setelah pengeringan hasil analisa SEM yang bernilai 232,14 nm pada konsentrasi dan pH yang sama.

Pada variabel konsentrasi 0,1 M pada pH 9 hingga 11 menghasilkan ukuran partikel koloid rata – rata lebih kecil daripada diameter partikel rata – rata setelah pengeringan. Hal ini terjadi karena pada saat dilakukan pembakaran koloid – koloid dapat teraglomerasi sehingga membentuk partikel yang berukuran lebih besar daripada ukuran koloidnya. Dari hasil diatas juga dapat diketahui bahwa sol silika yang dibuat merupakan *polydisperse*. Praktis tidak ada sol yang *monodisperse* karena partikel biasanya bervariasi oleh setidaknya beberapa milimicron diameter (Iler, 1979). Dari keempat grafik hasil analisa distribusi ukuran partikel koloid silika diatas dapat dibuat grafik pengaruh pH terhadap ukuran partikel rata – rata koloid silika seperti di bawah ini.

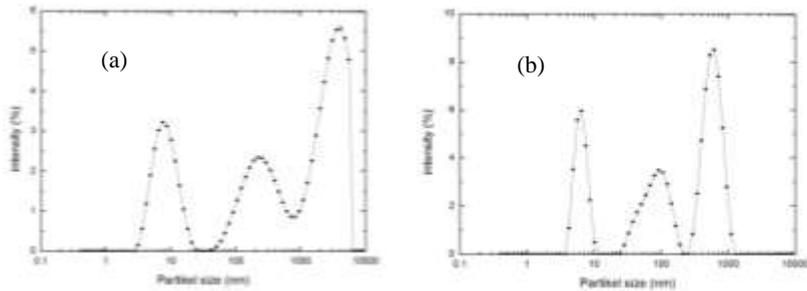


Gambar 4.5 Grafik Pengaruh pH Terhadap Ukuran Partikel Koloid Silika pada Konsentrasi Silika 0,1 M

Dari keempat gambar diatas pada konsentrasi silika 0,1 M menunjukkan dari pH 9 hingga pH 11 didapatkan bahwa semakin tinggi pH maka semakin besar ukuran partikel koloid silika yang dihasilkan. Semakin tinggi pH juga menunjukkan distribusi ukuran partikel koloid silika semakin menyempit.

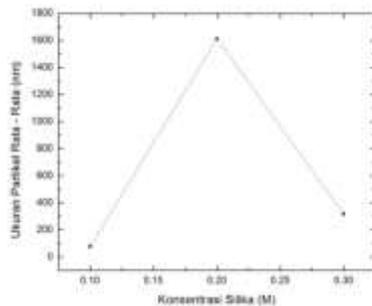
4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel

Selain menggunakan variasi pH, pada penelitian ini juga dilakukan variasi konsentrasi pada pH yang sama. Berikut grafik distribusi partikel koloid silika pada pH 9 dengan konsentrasi yang berbeda.



Gambar 4.6 Grafik Distribusi Ukuran Partikel Koloid Silika pada pH 9 dengan Konsentrasi (a) 0,2 M dan (b) 0,3 M

Dari gambar diatas diketahui bahwa distribusi partikel koloid silika pH 9 konsentrasi 0,2 M lebih lebar daripada distribusi partikel koloid silika pada pH yang sama dengan konsentrasi 0,3 M. Dari hasil perhitungan didapatkan pada pH 9 konsentrai 0,2 M memiliki ukuran partikel koloid rata – rata 1,611 μm . Sedangkan pada pH 9 konsentrasi 0,3 M memiliki ukuran partikel koloid rata – rata 315,943 nm. Berikut adalah grafik pengaruh konsentrasi terhadap ukuran partikel koloid rata – rata.



Gambar 4.7 Grafik Pengaruh Konsentrasi Silika pada pH 9 Terhadap Ukuran Partikel Rata – Rata Koloid Silika

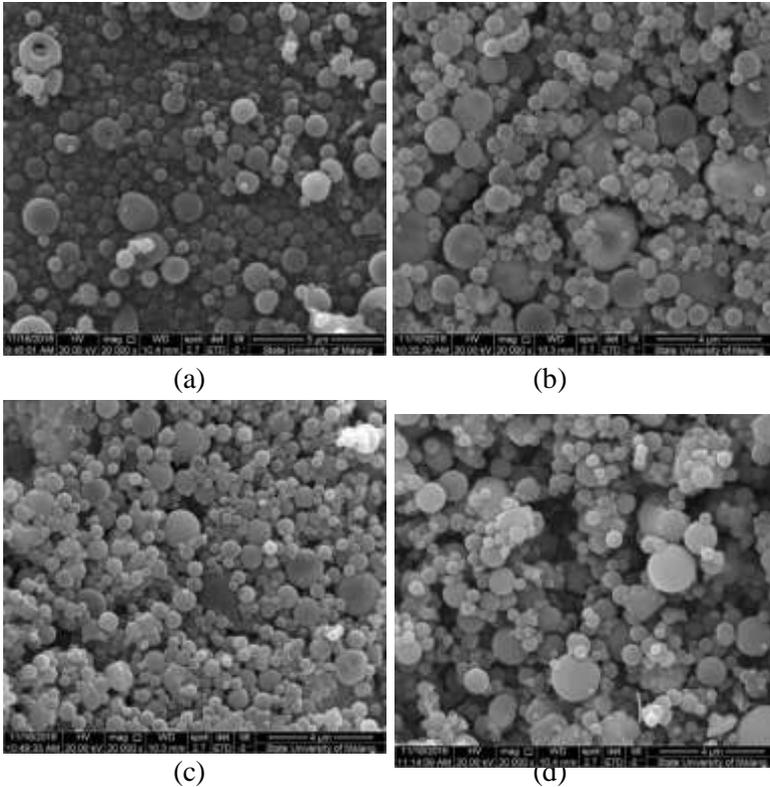
Pada gambar diatas dapat diketahui bahwa pada koloid silika dengan pH 9 dan konsentrasi 0,2 M memiliki ukuran partikel koloid paling besar diantara kedua konsentrasi lainnya pada pH yang sama. Ukuran partikel koloid silika pH 9 dan konsentrasi 0,2 M meningkat sangat tajam dari ukuran partikel koloid silika konsentrasi 0,1 M . Selanjutnya pada konsentrasi 0,3 M ukuran partikel koloid silika kembali mengalami penurunan yang cukup tajam.

4.2 Morfologi Partikel

Untuk mengetahui morfologi partikel yang telah dikeringkan menggunakan analisa SEM (*Scanning Electron Microscope*). Analisa SEM ini juga digunakan untuk mengetahui diameter partikel dan distribusi diameter partikel yang dihasilkan. Hasil analisa SEM ini diambil pada perbesaran 20.000 kali lipat, karena pada perbesaran ini partikel silika dapat terlihat paling jelas.

4.2.1 Pengaruh pH Terhadap Morfologi Partikel Silika

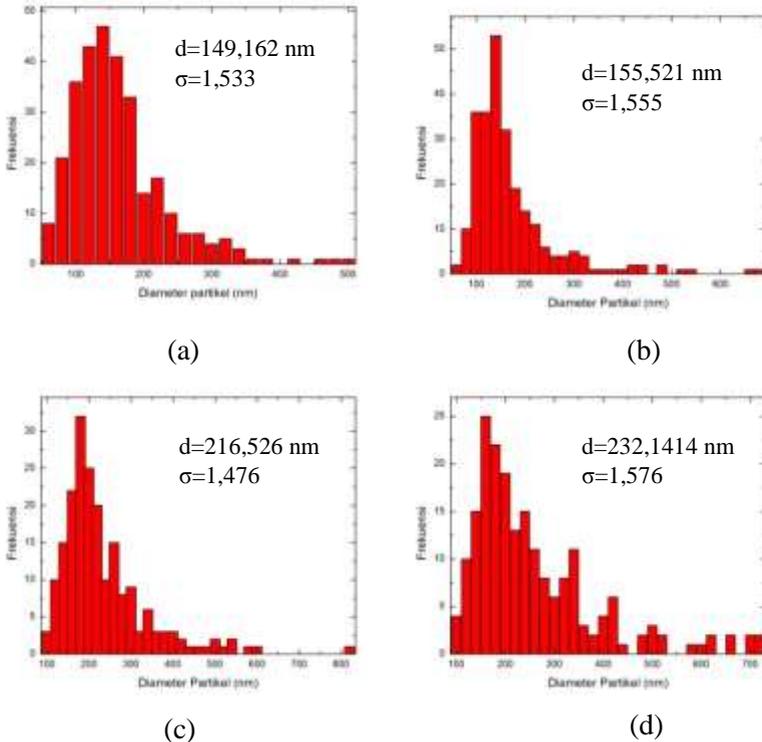
Pada penelitian ini digunakan larutan precursor dengan pH 8 hingga 11. Larutan precursor dengan pH yang ditentukan dikeringkan menggunakan seperangkat alat Flame Spray Combustor. Hasil partikel yang telah dikeringkan kemudian dianalisa morfologi partikel menggunakan SEM. Berikut adalah hasil analisa SEM pada konsentrasi silika 0,1 M dengan pH 8 hingga 11.



Gambar 4.8 Hasil Analisa SEM Partikel Silika Konsentrasi Silika 0,1 M pada variable pH (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 dan (d) pH 11

Dari hasil SEM diatas dapat diketahui bahwa morfologi partikel silika berbentuk spherical. Dari analisa SEM dapat dilihat bahwa partikel yang terbentuk memiliki sedikit partikel berbentuk donat dan partikel yang pecah, hal ini menunjukkan bahwa adanya partikel berbentuk donat dan pecahnya partikel tidaklah dipengaruhi oleh pH. Partikel berbentuk donat dan pecahnya partikel sangat dipengaruhi oleh suhu (Setyawan, 2009). Pada temperature tinggi dapat menyebabkan pecahnya partikel yang

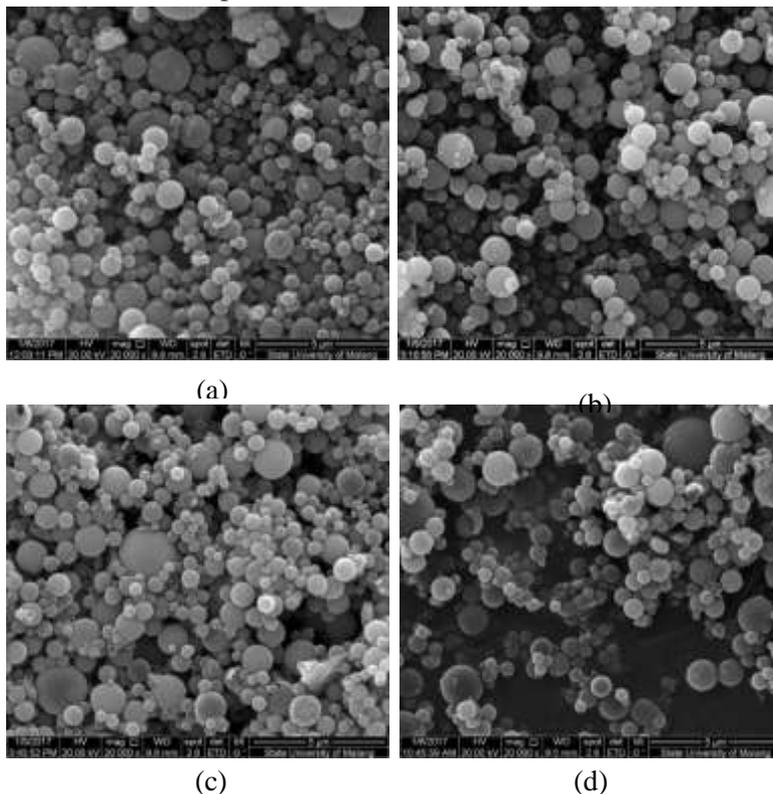
terbentuk (Maula, 2012). Berikut adalah hasil perhitungan diameter partikel rata – rata dan distribusi ukuran partikel dari hasil analisa SEM.



Gambar 4.9 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,1 M pada Variabel (a) pH 8, (b) pH 9, (c) pH 10 dan (d) pH 11

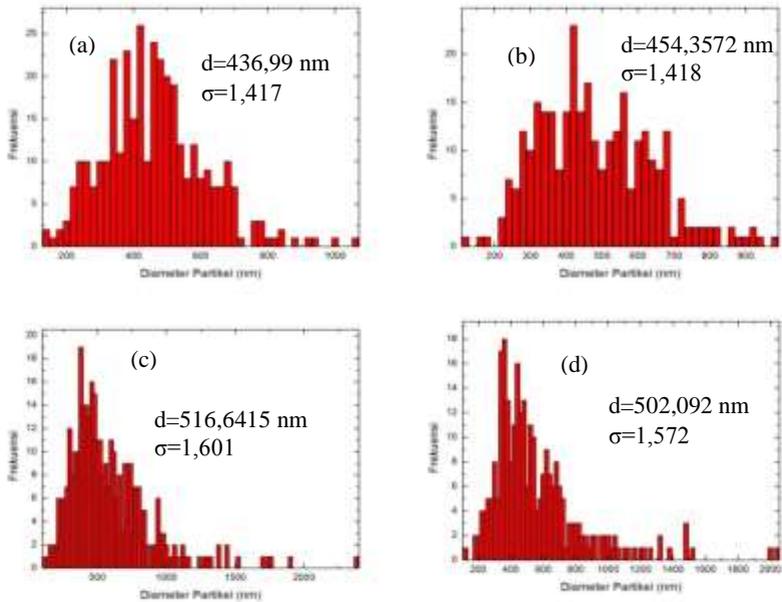
Perhitungan diameter partikel menggunakan dengan *sampling* partikel secara random sebanyak 200 – 300 partikel. Dari hasil perhitungan diatas dapat dilihat bahwa partikel setelah pengeringan memiliki distribusi persebaran partikel yang seragam serta menunjukkan bahwa semakin besar pH maka akan

mempengaruhi diameter partikel yang dihasilkan. Hasil diatas menunjukkan bahwa semakin besar pH maka semakin besar pula diameter rata-rata partikel silika.



Gambar 4.10 Hasil Analisa SEM Partikel Silika Konsentrasi Silika 0,2 M pada variabel pH (a) pH 8 (b) pH 9 (c) pH 10 dan (d) pH 11

Dari hasil analisa SEM menunjukkan bahwa morfologi partikel silika berbentuk *spherical*. Berikut adalah hasil perhitungan diameter partikel rata – rata dan distribusi ukuran partikel dari hasil analisa SEM.

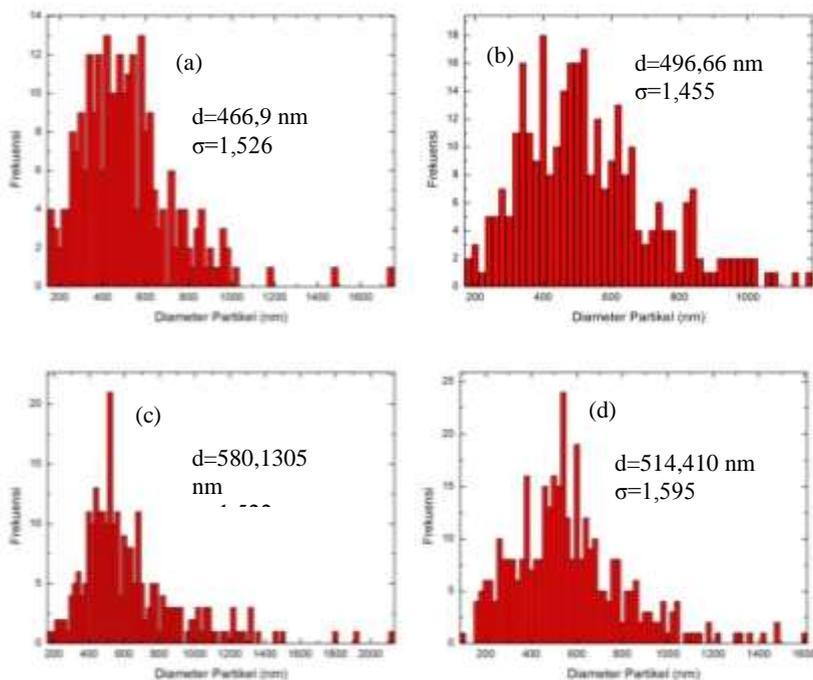


Gambar 4.11 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,2 M pada Variabel (a) pH 8, (b) pH 9, (c) pH 10 dan (d) pH 11

Perhitungan diameter partikel dengan *sampling* partikel secara random sebanyak 200 – 300 partikel. Dari hasil perhitungan diatas dapat dilihat bahwa partikel setelah pengeringan memiliki distribusi persebaran partikel yang seragam serta menunjukkan bahwa pada pH 8 hingga 10 terjadi peningkatan diameter partikel yang dihasilkan akan tetapi terjadi penurunan pada pH 11.

pengeringan, hal ini dapat dilihat pada gambar 2.2. Berikut adalah hasil perhitungan diameter partikel rata – rata dan distribusi ukuran partikel dari hasil analisa SEM.

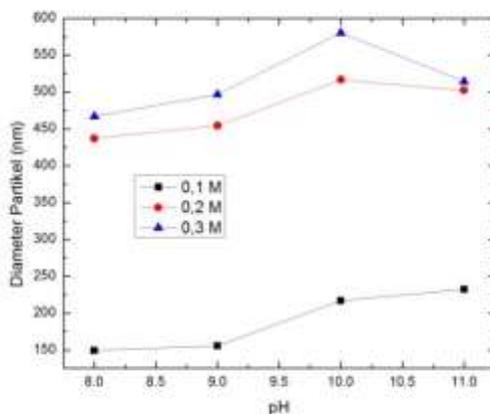
Hasil analisa SEM diatas menunjukkan bahwa partikel berbentuk *spherical*. Partikel yang dihasilkan berbentuk spherical terjadi karena adanya pengaruh inti partikel yang berkembang menjadi partikel yang lebih besar (Iler, 1979)



Gambar 4.13 Grafik Distribusi Partikel Silika Konsentrasi 0,3 M pada Variabel (a) pH 8, (b) pH 9, (c) pH 10 dan (d) pH 11

Perhitungan diameter partikel dengan *sampling* partikel secara random sebanyak 200 – 300 partikel. Dari hasil perhitungan diatas dapat dilihat bahwa partikel setelah

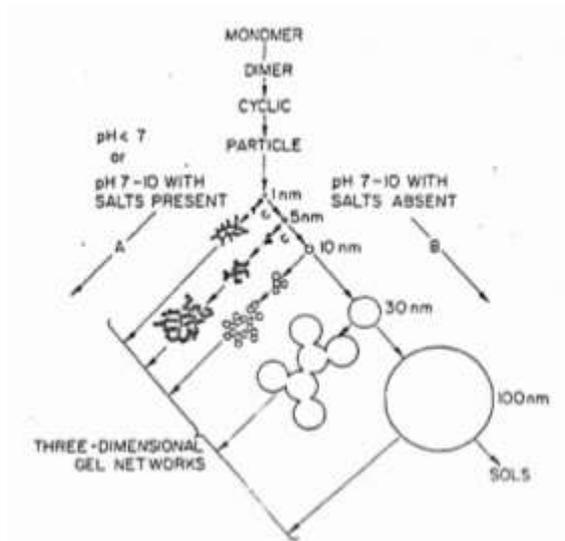
pengeringan memiliki distribusi persebaran partikel yang seragam serta menunjukkan bahwa pada pH 8 hingga 10 terjadi peningkatan diameter partikel yang dihasilkan akan tetapi terjadi penurunan pada pH 11.



Gambar 4.14 Grafik Pengaruh pH Terhadap Diameter Partikel

Dari grafik diatas menunjukkan bahwa pada konsentrasi silika 0,2 dan 0,3 M terjadi kenaikan diameter partikel pada kenaikan pH dari 8 hingga 10 dan pada pH 11 terjadi penurunan diameter partikel yang dihasilkan. Hasil diatas menunjukkan bahwa diameter partikel silika tertinggi pada pH 10.

Pertumbuhan partikel dari monomer menjadi partikel dengan mengorbankan asam silikat dalam larutan pada saat preparasi. Pada pH diatas 6 atau 7 hingga 10,5 dimana silika mulai larut menjadi silikat, partikel silika bermuatan negative dan saling tolak menolak. Oleh karena itu partikel silika tidak saling bertumbukan sehingga partikel tumbuh terus menerus tanpa penggabungan (Iler, 1979). Di bawah ini merupakan gambar perilaku pertumbuhan silika pada kondisi asam dan basa.

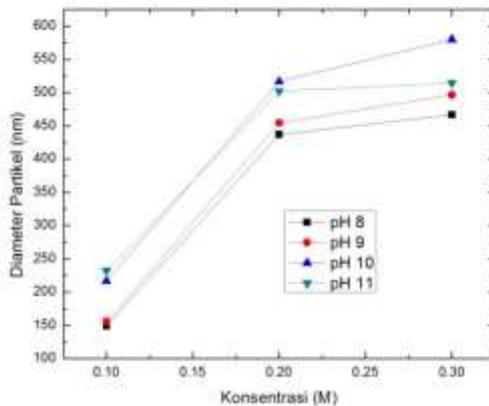


Gambar 4.15 Pertumbuhan Struktural dari Silika

Pada pH 11 dimana seluruh fase solid dari silika larut dalam air, presipitasi terjadi secara pelan yang menyebabkan partikel yang terbentuk dalam droplet kecil. Hal ini disebabkan ion – ion hidroksil mengkatalis disolusi dari partikel kecil yang membatasi terbentuknya partikel lebih besar (Setyawan, 2009).

4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Morfologi Partikel Silika

Selain menggunakan variasi pH, pada penelitian ini juga dilakukan variasi konsentrasi pada pH yang sama. Berikut grafik pengaruh konsentrasi terhadap diameter partikel silika yang dihasilkan

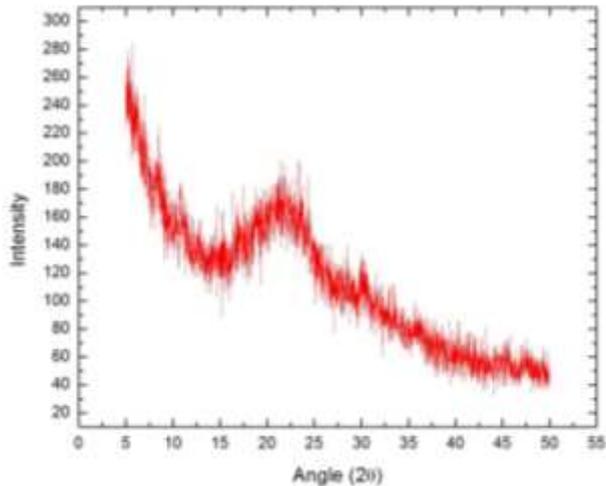


Gambar 4.16 Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap Diameter Partikel

Hasil diatas menunjukkan semakin tinggi konsentrasi semakin besar diameter partikel yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi silika memungkinkan adanya lebih banyak silika fase solid di dalam sol. Pada saat silika berpindah melewati reactor kaca, sejumlah air akan menguap sehingga konsentrasi silika semakin meningkat. Semakin meningkatnya konsentrasi silika dalam droplet, semakin terbatas kelarutan silika dalam droplet sehingga semakin banyak silika terlarut yang terpresipitasi dalam droplet. Adanya fase solid dari silika amorf dalam droplet mendorong pertumbuhan partikel menjadi ukuran lebih besar.

4.3 Kristalinitas Partikel

Perangkat yang digunakan untuk analisa derajat kristalinitas dalam penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction (XRD)* 40 kV, 30 mA, X'pert Philips. Tujuan analisa ini adalah untuk mengetahui ukuran kristal dan fasa partikel silika yang dihasilkan.

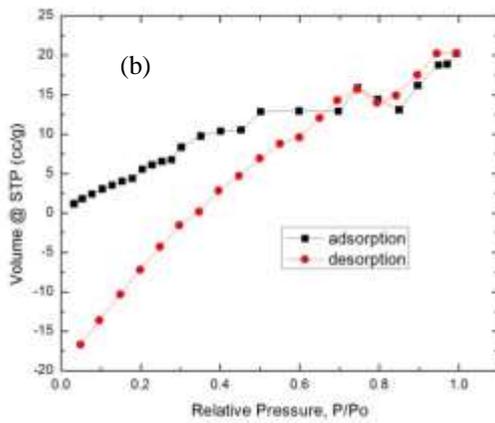
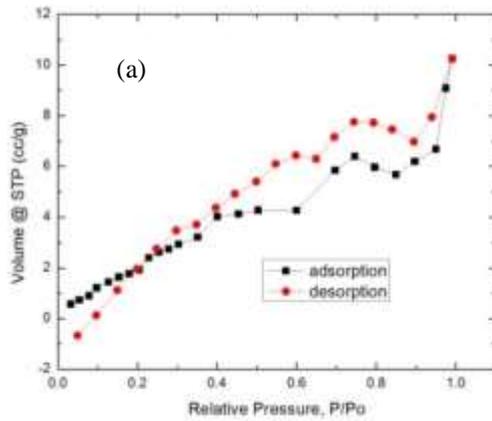


Gambar 4.17 Hasil Analisa XRD Partikel Silika

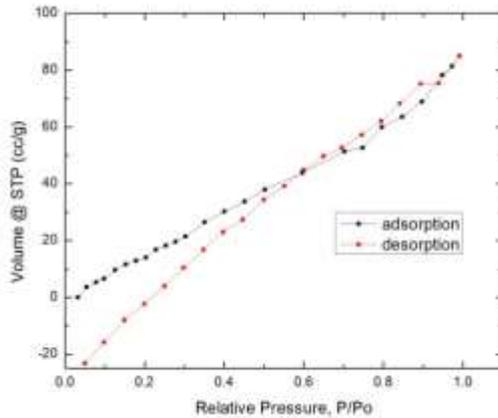
Hasil analisa XRD di atas menunjukkan bahwa partikel silika yang dihasilkan tidak terkristalisasi dan bersifat amorf karena tidak adanya peak tajam yang terbentuk.

4.4 Luas Permukaan dan Diameter Pori Partikel

Untuk mengetahui luas permukaan dari partikel digunakan analisa BET (*Brunauer-Emmet-Teller*). Hasil analisa BET dapat dilihat dari gambar dibawah ini



Gambar 4.18 Hasil Analisa BET pada pH 10 dan Konsentrasi Silika : (a) 0,2 M dan (b) 0,3 M



Gambar 4.19 Hasil Analisa BET pada Konsentrasi Silika 0,3 M dan pH 9

Tabel 4.1 Pengaruh pH Terhadap Luas Permukaan dan Diameter Pori partikel

Konsentrasi	pH	Luas Permukaan (m ² /g)	Diameter Pori (nm)
0,2	10	42,35	2,96
0,3	10	12,85	4,94

Tabel 4.2 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Luas permukaan dan Diameter Pori partikel

konsentrasi	pH	Luas Permukaan (m ² /g)	Diameter Pori (nm)
0,3	9	126,54	4,16
0,3	10	12,85	4,94

Hasil diatas menunjukkan semakin tinggi konsentrasi silika dan pH semakin kecil luas permukaan partikel. Hal ini terjadi karena semakin tinggi konsentrasi silika dan pH semakin besar diameter partikel silika yang dihasilkan. Semakin besarnya ukuran partikel menyebabkan semakin kecil pula luas permukaan partikel.

Dari hasil diatas juga didapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi silika dan pH maka semakin besar diameter pori partikel. Hal ini disebabkan oleh semakin besarnya ukuran partikel seiring dengan semakin besarnya konsentrasi dan pH sehingga diameter pori dari partikel pun juga semakin besar.

4.5 Pengaruh Voltase Terhadap Massa Partikel yang Dihasilkan

Dalam percobaan ini kami melakukan variabel voltase pada *Electrostatic Precipitator* untuk menangkap partikel pada konsentrasi silika 0,2 M dan pH 8. Di bawah ini merupakan tabel massa partikel yang dihasilkan pada voltase yang berbeda.

Tabel 4.3 Massa Partikel yang Dihasilkan pada Variabel Konsentrasi 0,2 M pH 8

Voltase (kV)	Massa Partikel (mg)
30	2,8
40	102,7

Hasil diatas menunjukkan bahwa dengan pada voltase berbeda didapatkan jumlah partikel yang berbeda pula. Semakin tinggi voltase yang dipasang pada EP semakin banyak pula partikel yang didapatkan, hal ini terjadi karena semakin tinggi voltase maka semakin besar pula daya tangkap partikel yang ada di dalam EP sehingga massa partikel yang ditangkap oleh EP juga semakin banyak.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Koloid silika yang disintesa dari waterglass dapat dikeringkan menggunakan *Flame Spray Combustor*.
2. Hasil SEM menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0.1 M pada pH 8 hingga pH 11 diameter rata-rata semakin besar, sedangkan pada konsentrasi 0,2 M dan 0,3 M pada pH 8 sampai pH 10 diameter rata-ratanya semakin besar, akan tetapi pada pH 11 mengalami penurunan.
3. Analisa PSA menunjukkan bahwa partikel yang dihasilkan dapat dikatakan polydisperse yang ditandai dengan adanya peak yang berjumlah lebih dari satu dan memperlihatkan diameter partikel yang dihasilkan beragam.
4. Pada voltase 40 kV yang terpasang di *Electrostatic Precipitator* lebih banyak menangkap partikel daripada voltase 30 kV.
5. Hasil XRD menunjukkan bahwa partikel silika yang dihasilkan tidak terkrystalisasi dan bersifat amorf karena tidak adanya peak tajam yang terbentuk.
6. Hasil BET menunjukkan bahwa semakin tinggi pH dan konsentrasi maka luas permukaan partikel menurun sedangkan semakin tinggi pH dan konsentrasi maka diameter pori partikel semakin meningkat

5.2 Saran

1. Menggunakan alternatif lain sumber silika selain waterglass, contohnya TEOS.

2. Menggunakan variasi voltase pada *Electrostratic Precipitation* untuk mengetahui voltase yang dapat digunakan untuk menangkap partikel terbanyak.

DAFTAR PUSTAKA

- Balgis, Ratna dan Setyawan, H., (2009) :*Sintesa Silika Berpori dengan Metode Dual Templating dan Waterglass*, Jurnal Nanosains dan Nanteknologi, 13- 18.
- Greenwood, Norman N., Earnshaw, Alan (1997) :*Chemistry of the Elements* (2nd ed.), Oxford.
- Iler, R.K.; 1979, *The Chemistry of Silica*, John Wiley & Sons, New York, Chapter 1, 3-104.
- Jang Hee Dong ; Wan, Bin ; Ring, Terry A (2007) : *Journal of The American Ceramic Society* vol. 90 issue. p. 3838 – 3845.
- Jang, Hee Dong ; Chang, Hankwon; Suh, Yongjae ; Okuyama, Kikuo (2006) : *Synthesys of SiO₂ nanoparticles from sprayed droplets of tetraethylorthosilicate by the flame spray pyrolysis*, Hiroshima University
- Kieviet, G. Frank, (1997), *Modelling Quality in Spray Drying*, Eindhoven University of Technology, The Nedherlands.
- Kodas, T. T dan Smith, M. H., (1999) : *Aerosol Processing of Materials*, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Lagaly. G., (1978) : *Crystalline Silicic Acids and Their Interface Reactions*. Universitat Kiel, Germany.
- Liu, C. Hai., Wang, Xi Jin., Mao Yan., Chen San Chen., (1991) : *The Preparation and Growth of Colloidal Particles of Concentrated Silica Sols*, Nanjing University.
- Maula., Ruliawati (2012) *Sintesa Partikel Nanokomposit ZnO – Silica dengan Metode Kombinasi Sol – Gel dan Flame Spray Pyrolysis.*, skripsi 2012., Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Ostraat, L. Michele., Swain A. Keith., Krajewski J. James., (2008) : *SiO₂ Aerosol Nanoparticle Reactor for*

- Occupational Health and Safety Studies*, DuPont Central Research and Development, North Carolina.
- Puspitaningtyas., Yonanda (2013) : *Pengaruh Suhu Furnace dan Rasio Konsentrasi Prekursor Terhadap Karakteristik Nanokomposit ZnO – Silica.*, skripsi 2013., Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Schroe, K., 2016. *Production, Handling and Characterization of Particulate Materials*,
- Setyawan, H.; Yuwana, M. and Winardi, S.; 2009 ; *Effect of Solution pH on the Morphology of Silica Particles Prepared by the Spray Drying of Sodium Silicate Solution*, Asian Particle Technology, New Delhi.
- Tsai, Ming Shyong (2004) : *The Study of Formation Colloidal Silica via Sodium Silicate*, Southern Taiwan University of Technology.
- Uhlmann, D.R., Kreidl, N.J. (1983). *Glass: Science and Technology*, Vol. 17, hal. 4743 – 4756.
- Widiyastuti, W., Purwanto, A., Wang, W., Iskandar, F., Okuyama, K., Setyawan, H., (2009) : *Nanoparticle Formation Through Solid – Fed Flame Synthesis : Experiment and Modelling*, AIChE Journal, Vol. 55 hal. 885 – 895.
- Zaman., Kharisma (2014) : *Pengeringan Sol Silika dan Slurry ZnO dengan Metode Spray Dryer Serta Aplikasi Flame dalam Pengeringan Sol Silika.*, skripsi 2014., Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Zulfiqar, Usama ; Subhani, Tayyab ; Husain, S. Wilayat (2015) : *Synthesys of Silica Nanoparticles from Sodium Silicate Under Alkaline Condition*, Institute of Space Technology, Islamabad, Pakistan.

www.serc.carleton.edu/ diakses pada tanggal 10 Agustus 2016

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR NOTASI

No	Notasi	Keterangan	Satuan
1.	C	Konsentrasi	ppm
2.	Co	Konsentrasi	ppm
3.	N	Mol	mol
4.	P	Tekanan	atm
5.	V	Volume	liter
6.	T	Suhu	K
7.	gr	Berat	gram
8.	BM	Berat Molekul	gram/mol
9.	M	Molaritas	M

Halaman ini sengaja dikosongkan

APPENDIKS

A.1 Contoh Perhitungan

1. Pembuatan Larutan Prekursor

Bahan yang digunakan :

1. Menentukan massa KOH 0,1 M 250 ml

$$\begin{aligned} \text{massa KOH} &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 56,11 \text{ gram/mol} \\ &= 1,40275 \text{ gram} \end{aligned}$$

2. Menentukan Volume *Waterglass* konsentrasi 0,1 M ; 0,2 M; dan 0,3 M:

- a. Volume *Waterglass* konsentrasi 0,1 M 250 ml :

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 60,0855 \text{ gram/mol} \\ &= 1,5021375 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Total} &= \frac{100 \%}{27 \%} \times 1,5021375 \text{ gram} \\ &= 5,5634722 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Waterglass} &= \frac{\text{massa total}}{\rho \text{ campuran}} \\ &= \frac{5,5634722 \text{ gram}}{1,346 \text{ gram/ml}} \\ &= 4,13333746 \text{ ml} \end{aligned}$$

- b. Volume *Waterglass* konsentrasi 0,2 M 250 ml :

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\ &= 0,2 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 60,0855 \text{ gram/mol} \\ &= 3,004275 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Total} &= \frac{100 \%}{27 \%} \times 3,004275 \text{ gram} \\ &= 11,12694 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume Waterglass} = \frac{\text{massa total}}{\rho \text{ campuran}}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{11,12694 \text{ gram}}{1,346 \text{ gram/ml}} \\
 &= 8,266675 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

c. Volume Waterglass konsentrasi 0,1M 250 ml :

$$\begin{aligned}
 \text{Massa SiO}_2 &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\
 &= 0,3 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 60,0855 \text{ gram/mol} \\
 &= 4,50641 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Total} &= \frac{100\%}{27\%} \times 4,50641 \text{ gram} \\
 &= 16,69042 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume Waterglass} &= \frac{\text{massa total}}{\rho \text{ campuran}} \\
 &= \frac{16,69042 \text{ gram}}{1,346 \text{ gram/ml}} \\
 &= 12,40001 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

3. Menentukan Volume HCl 2 N 250 ml

$$\begin{aligned}
 \text{Massa HCl} &= M \times \text{Volume} \times \text{BM} \\
 &= 2 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 36,46 \text{ gram/mol} \\
 &= 18,23 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massa HCl}}{\rho \text{ HCl}} \\
 &= \frac{18,23 \text{ gram}}{1,19 \text{ gram/ml}} \\
 &= 15,32 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

BIODATA PENULIS



Aprilia Yasinta Retnanintyas, lahir di Malang, 22 April 1993. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Negeri 3 Malang (1999-2005), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 3 Malang (2005-2008), kemudian dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMK Putra Indonesia Malang (2008–2011). Penulis melanjutkan ke jenjang perguruan tinggi dengan mengambil jurusan D3 Teknik Kimia di Politeknik Negeri Malang hingga tahun 2014. Pada tahun yang sama melanjutkan studi jenjang S1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Jurusan Teknik Kimia. Pada akhir studi penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng dan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Bioethanol dari Molasses” dan skripsi berjudul “Pengaruh pH dan Konsentrasi pada Proses Pengeringan Koloid Silika Menggunakan *Flame Spray Combustor*”. Penulis berhasil menyelesaikan pendidikan tingginya pada tahun 2017.
Email : apriil.yasinta@gmail.com

BIODATA PENULIS



Roziq Rahadian Hidayat, lahir di Malang, 14 April 1993. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SD Negeri 1 Turen (1999-2005), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 1 Turen (2005-2008), kemudian dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Negeri 8 Malang (2008–2011). Penulis melanjutkan ke jenjang perguruan tinggi dengan mengambil jurusan D3 Teknik Kimia di Politeknik Negeri Malang hingga tahun 2014. Pada tahun yang sama melanjutkan studi jenjang S1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Jurusan Teknik Kimia. Pada akhir studi penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng dan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Bioethanol dari Molasses” dan skripsi berjudul “Pengaruh pH dan Konsentrasi pada Proses Pengeringan Koloid Silika Menggunakan *Flame Spray Combustor*”. Penulis berhasil menyelesaikan pendidikannya pada tahun 2017.
Email : roziqrahadian1422@gmail.com