

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA GEL DARI ABU VULKANIK GUNUNG AGUNG MELALUI TEKNIK SOL-GEL

N. P. S. N. Utari*, I W. Sudiarta, dan P. Suarya

Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali

*Email: sinutanatiautary@gmail.com

ABSTRAK

Gunung Agung di Karangasem, Bali yang erupsi pada September 2017 menghasilkan abu vulkanik melimpah. Abu ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan silika gel. Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi analisis kandungan unsur silikon (Si), sintesis silika gel menggunakan teknik sol-gel, karakterisasi menggunakan instrumen FTIR, X-RD serta uji luas dan keasaman permukaan. Hasil analisis menggunakan instrumen X-RD menunjukkan adanya unsur silikon dari SiO_2 terdapat pada $2\theta = 28,0753^\circ$. Berat rendemen silika gel yang diperoleh sebesar 15,05% b/b. Hasil karakterisasi dengan instrumen FTIR menunjukkan silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung memiliki gugus fungsi silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Ikatan -OH dari gugus fungsi Si-OH muncul pada $\pm 3649,32 \text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi ulur dan $\pm 1687,71 \text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi tekuk. Ikatan Si-O dari gugus fungsi Si-O-Si muncul pada $\pm 1207,44 \text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi ulur asimetris dan $\pm 482,20 \text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi tekuk. Difraktogram menunjukkan bahwa silika gel memiliki struktur amorf dengan keasaman permukaan sebesar 18,0222 mmol/g serta luas permukaan sebesar $36,5514 \text{ m}^2/\text{g}$.

Kata kunci: abu vulkanik, gunung Agung, silika gel, sol-gel

ABSTRACT

Mount Agung in Karangasem, Bali which erupted in September 2017 produced abundant volcanic ash. This ash can be used as a raw material for making silica gel. The stages of the research carried out included analysis of the content of silicon (Si), synthesis of silica gel using sol-gel technique, characterization using FTIR, X-RD instruments as well as surface acidity. The results of the analysis using the X-RD instrument showed the presence of silicon from SiO_2 found at $2\theta = 28,0753^\circ$. The silica gel yield obtained in this study was 15.05% w/w. The results of the characterization with the FTIR instrument showed that silica gel from volcanic ash of Mount Agung had the main Si-OH and Si-O-Si groups. The hydroxyl bond from Si-OH group were found at $\pm 3649.32 \text{ cm}^{-1}$ for stretching vibrations and $\pm 1687.71 \text{ cm}^{-1}$ for bending vibrations. Si-O bond from Si-O-Si group were found at $\pm 1207.44 \text{ cm}^{-1}$ for asymmetric stretching vibrations and $\pm 482.20 \text{ cm}^{-1}$ for bending vibrations. Diffractogram showed that the silica gel had an amorphous structure with surface acidity of 18.0222 mmol/g and a surface area of $36.5514 \text{ m}^2/\text{g}$.

Keywords: Agung mountain, silica gel, sol-gel, vulcano ash

PENDAHULUAN

Gunung Agung merupakan salah satu gunung api aktif yang berada di Provinsi Bali, Indonesia. Pada September 2017, Gunung Agung menunjukkan peningkatan aktivitas vulkanik dengan ditemukannya abu vulkanik yang cukup banyak disekitar lokasi letusan (Susantoro, dkk., 2017). Abu vulkanik adalah salah satu jenis material yang dikeluarkan (disemburkan) oleh gunung berapi saat terjadi erupsi (Sudaryo dan Sutjipto, 2009). Abu vulkanik yang dihempaskan ke udara belum dapat dipecahkan permasalahannya dan cenderung memberikan dampak negatif baik

dari segi lingkungan maupun bagi kesehatan. Dampak negatif tersebut seperti peningkatan kekeruhan di perairan, kerusakan ekosistem, dan dapat menyebabkan penyakit paru-paru (*pneumonia*) (Suryani, 2014).

Abu vulkanik yang dihasilkan dari letusan gunung berapi memang banyak menyebabkan dampak negatif, namun abu vulkanik tersebut merupakan lahan penelitian yang menarik. Secara umum, abu atau material dari letusan gunung berapi mengandung beberapa mineral penting seperti logam Si (silikon), Al (aluminium), Fe (besi), Ca (kalsium), Mg (magnesium), Na (natrium), dan K (kalium) dan S (belerang). Mineral ini

biasanya ditemukan dalam bentuk oksidanya. Beberapa unsur logam berat berbahaya seperti Pb (timbal), Cd (cadmium), dan Ar (arsen) kemungkinan juga terdapat dalam abu vulkanik. Penelitian yang telah dilakukan pada abu vulkanik Gunung Merapi memiliki kandungan oksida SiO_2 54,56%, Al_2O_3 18,37%, Fe_2O_3 8,33%, CaO 7,10%, Na_2O_3 3,27%, MgO , K_2O , dan SO_3 yang masing-masing kurang dari 3% (Sudaryo dan Sutjipto, 2009).

Unsur silikon (Si) merupakan salah satu unsur yang melimpah di dalam abu vulkanik gunung berapi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai material dasar pembuatan silika gel. Partikel silika gel adalah inti yang terdiri dari atom silikon yang terikat dengan atom silikon lain oleh adanya atom oksigen dengan ikatan siloksan (Si-O-Si) dan gugus silanol (Si-OH) yang merupakan sisi aktif dari silika gel. Sisi aktif inilah yang memberikan sifat polar pada silika gel (Jeffrey, *et al.*, 1990).

MATERI DAN METODE

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan penelitian ini antara lain sampel abu vulkanik Gunung Agung, plastik hitam, NaOH padat, HNO_3 70%, HCl 37%, aqua demineral, kertas saring.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara peralatan gelas, statif dan klem, neraca analitik, *hot plate*, oven, cawan porselin, desikator, pengaduk magnetik, mortal dan alu, pH meter, Spektrometer Inframerah (FTIR) merk Shimadzu 01428, Difraksi Sinar-X (X-RD) merk Panalytical type X'Pert Pro dan Spektrofotometer UV-Visible merk Shimadzu series 2600.

Prosedur Penelitian

Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel abu vulkanik dilakukan di Kabupaten Karangasem, Kecamatan Bebandem, Desa Sibetan, Provinsi Bali dengan mengambil tiga titik sampling yang memungkinkan.

Penyiapan Abu Vulkanik Gunung Agung

Sebanyak 500 gram abu vulkanik Gunung Agung dicuci dengan aqua demineral kemudian disaring dan dikeringkan dalam

oven pada suhu 110°C selama dua jam, kemudian diayak dengan ayakan $250\ \mu\text{m}$. Sampel abu yang digunakan sebagai bahan dasar pembuatan silika gel adalah sampel yang lolos dari ayakan $250\ \mu\text{m}$ (Etifebriani, 2015). Sampel abu yang telah diayak selanjutnya diambil 20 gram dan direndam dalam 120 mL HNO_3 pekat, kemudian dibiarkan selama 24 jam setelah itu disaring. Abu yang telah disaring kemudian dicuci hingga netral dengan aqua demineral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama enam jam. Hasil abu yang telah kering dianalisis menggunakan instrumen X-RD untuk melihat struktur kristalnya.

Pembuatan Natrium Silikat dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Tahap awal pembuatan natrium silikat adalah mereaksikan 20 gram abu vulkanik Gunung Agung dengan 250 mL NaOH 3 mol/L, kemudian dididihkan selama 1 jam. Filtrat yang terbentuk disaring dengan kertas saring. Filtrat inilah yang disebut dengan natrium silikat (Kalapathy, *et al.*, 2000).

Sintesis Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Sintesis silika gel dari bahan dasar abu vulkanik Gunung Agung dilakukan dengan teknik sol-gel. Filtrat hasil tahap sebelumnya yang merupakan natrium silikat, ditambah dengan larutan HCl 3 mol/L setetes demi setetes hingga terbentuk benang-benang tipis gel. Setelah terbentuk benang-benang tipis gel, dilanjutkan dengan proses *Ageing* (pematangan jaringan gel) selama 24 jam untuk mendapatkan gel yang padat dan homogen. Gel yang terbentuk dicuci hingga netral dengan aqua demineral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama enam jam. Silika gel yang telah kering ditimbang hingga konstan untuk memperoleh berat rendemen, kemudian digerus menggunakan mortal dan alu. Setelah digerus, silika gel diayak menggunakan ayakan $250\ \mu\text{m}$ dan $106\ \mu\text{m}$. Silika gel yang diperoleh adalah berukuran $250\text{-}106\ \mu\text{m}$ (Etifebriani, 2015).

Karakterisasi Adsorben Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Silika gel yang diperoleh selanjutnya diuji untuk menentukan gugus fungsi, kiralinitas, keasaman permukaan dan luas

permukaannya. Pertama-tama silika gel diuji dengan Spektrometer Inframerah (FTIR) untuk menentukan gugus fungsi utama silika gel. Karakterisasi kedua adalah menggunakan Difraksi Sinar-X (X-RD) untuk menentukan bidang kristal dari silika gel sehingga diperoleh struktur kristalnya. Karakterisasi ketiga menggunakan metode titrasi asam-basa untuk menentukan keasaman permukaan silika gel, dan terakhir menentukan luas permukaan silika gel diukur menggunakan metode adsorpsi metilen biru.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Unsur Silikon dalam Abu Vulkanik Gunung Agung

Keberadaan unsur silikon dalam bentuk mineral SiO_2 dari sampel abu pada gambar difraktogram menunjukkan $2\theta = 28,0753^\circ$ memiliki intensitas 100% dengan d-spacing $001 = 3,18$. Dari d-spacing yang dihasilkan terindikasi bahwa jenis mineral SiO_2 pada abu vulkanik Gunung Agung cenderung mengikuti mineral kuarsa dengan d-spacing $001 = 3,34$ (JCPDS, 1980). Adanya perbedaan d-spacing mineral SiO_2 kuarsa dengan SiO_2 abu vulkanik Gunung Agung dikarenakan kemungkinan mineral SiO_2 dalam abu vulkanik Gunung Agung mengandung komponen lain sehingga menyebabkan pergeseran nilai d-spacing. Difraktogram dari abu vulkanik Gunung Agung dapat dilihat pada Gambar 1.

Natrium Silikat dari Abu Vulkanik Gunung Agung

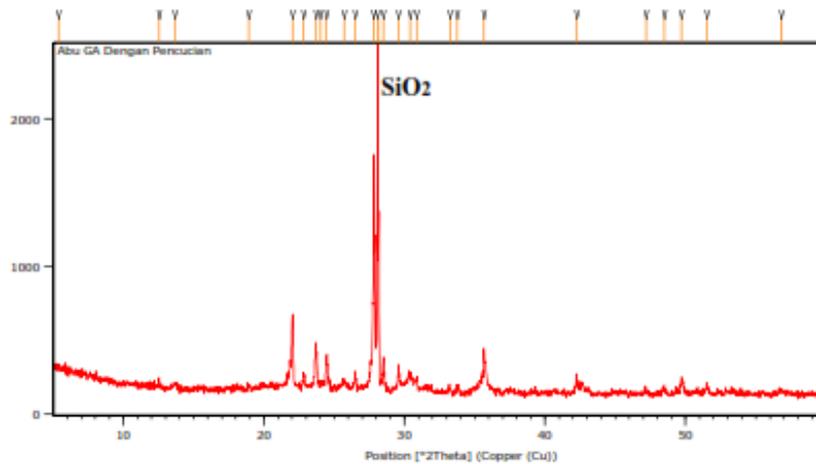
Proses pembuatan natrium silikat (Na_2SiO_3) dilakukan dengan memanaskan abu vulkanik Gunung Agung selama 1 jam pada suhu konstan, dengan tujuan untuk mengekstrak unsur silikon dalam abu vulkanik sehingga dapat membentuk natrium silikat (Na_2SiO_3). Setelah proses pemanasan selesai sampel didinginkan kemudian disaring, filtrat hasil penyaringan inilah yang disebut dengan natrium silikat (Na_2SiO_3). Filtrat natrium silikat yang diperoleh rata-rata sebanyak 150 mL. Reaksi antara SiO_2 dan NaOH sehingga membentuk natrium silikat (Na_2SiO_3) adalah sebagai berikut:



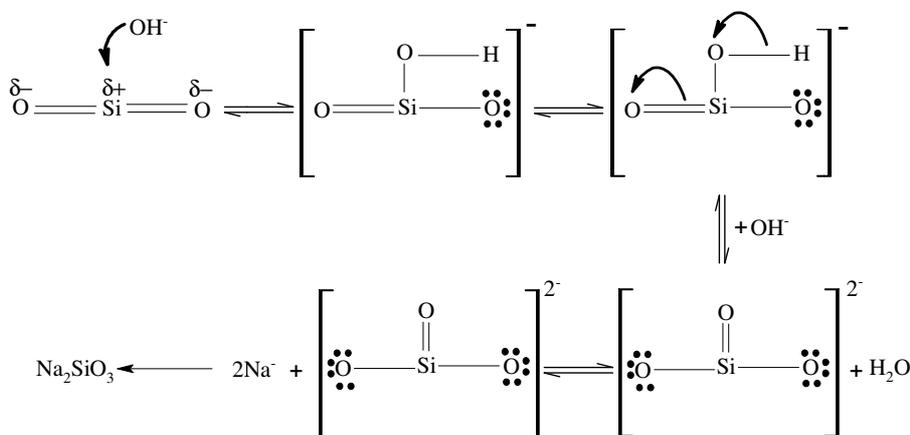
Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) dapat dilihat pada Gambar 2 (Lisnawaty, 2016). Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3) diawali dengan ion hidroksil (OH^-) yang bersifat elektrofil akan menyerang nukleofil atom Si yang lebih bersifat elektropositif. Sehingga pada tahapan reaksi ini, dapat melepas ikatan salah satu atom O dan membentuk intermediet SiO_2OH^- yang tidak stabil. Intemediet SiO_2OH^- mengalami reaksi dehidrogenasi sehingga membentuk SiO_3^{2-} dengan melepas ion hidrogen dan berikatan dengan ion hidroksil membentuk molekul air (H_2O). Ion Na^+ dari NaOH dan ion SiO_3^{2-} akan membentuk produk akhir natrium silikat (Na_2SiO_3) (Lisnawaty, 2016).

Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Proses sintesis silika gel dari larutan natrium silikat hasil ekstraksi abu vulkanik Gunung Agung dilakukan dengan teknik sol-gel. Natrium silikat yang merupakan filtrat hasil ekstraksi NaOH , ditambahkan dengan HCl 3 mol/L setetes demi setetes sehingga membentuk benang tipis gel. Proses penambahan asam mengakibatkan terbentuknya reaksi hidrolisis yang merupakan tahap awal dalam proses sol-gel. Pada proses hidrolisis anion silikat ($\equiv\text{Si-O}^-$) yang terdapat dalam Na_2SiO_3 terprotonasi menjadi gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$). Pembentukan gel berlangsung melalui mekanisme reaksi $\text{S}_{\text{N}}2$ yang memungkinkan membentuk ikatan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) yang melewati suatu keadaan transisi [$\equiv\text{Si-O-Si-OH}$]. Penambahan asam menyebabkan gugus OH^- terlepas dan membentuk ikatan siloksan. Semakin banyak proses penambahan asam maka semakin banyak terbentuk ikatan siloksan sehingga membentuk suatu benang-benang tipis berupa gel. Gel yang berhasil terbentuk dicuci hingga netral dengan aqua demineral untuk menghilangkan sisa asam yang kemungkinan masih ada. Silika gel kemudian dioven kemudian ditimbang hingga konstan untuk memperoleh berat rendemen, yaitu berat produk dibagi dengan berat akhir dikali 100%. Silika gel yang diperoleh adalah yang lolos ayakan 250 μm dan tertahan pada ayakan 106 μm (Etifebriani, 2015). Mekanisme reaksi pembentukan ikatan siloksan pada sintesis



Gambar 1. Difraktogram X-RD abu vulkanik Gunung Agung



Gambar 2. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Lisnawaty, 2016)

silika gel dapat dilihat pada Gambar 3 (Jeffrey, *et al.*, 1990). Rendemen silika gel yang diperoleh sebesar 15,05% b/b. Rendemen silika gel berbahan dasar abu vulkanik Gunung Agung yang rendah dapat disebabkan oleh jumlah komponen lain yang lebih tinggi dari pada unsur silikon dalam abu vulkanik Gunung Agung.

Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung dengan Instrumen FTIR

Karakterisasi menggunakan instrumen FTIR bertujuan untuk mengkonfirmasi bahwa sintesis silika gel berbahan dasar abu vulkani Gunung Agung telah berhasil dilakukan. Konfirmasi ini dilihat dari jenis ikatan kimia yang terdapat pada silika gel pada bilangan gelombang tertentu. Spektra FTIR sampel

menunjukkan adanya gugus fungsi yang merupakan karakteristik dari silika gel yaitu gugus fungsi silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Spektra FTIR silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung dapat dilihat pada Gambar 4. Pada bilangan gelombang 3649,32 cm^{-1} terindikasi ikatan -OH pada gugus fungsi silanol (Si-OH) untuk vibrasi ulur dan pada bilangan gelombang 1207,44 cm^{-1} terindikasi ikatan Si-O pada gugus fungsi siloksan (Si-O-Si) untuk vibrasi ulur asimetris (Silverstein, *et al.*, 2005;107). Hasil interpretasi data FTIR silika gel dapat dilihat pada Tabel 1.

Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung dengan Instrumen X-RD

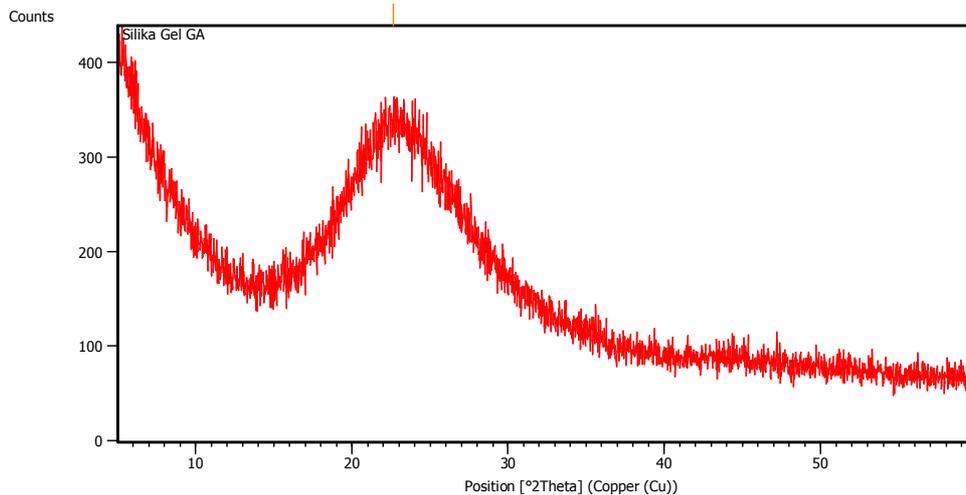
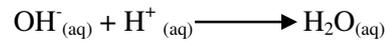
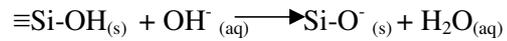
Karakterisasi silika gel dengan instrumen X-RD bertujuan menentukan

Penentuan Keasaman Permukaan Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Penentuan keasaman permukaan silika gel hasil sintesis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif.

Secara kualitatif penentuan keasaman permukaan bertujuan untuk mendeteksi keberadaan gugus fungsi silanol (Si-OH) silika

gel. Reaksi yang terjadi pada penentuan keasaman permukaan silika gel adalah sebagai berikut:



Gambar 5. Difraktogram X-RD silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung

Secara kuantitatif keasaman total silika gel diperoleh sebesar 18,0222 mmol/g. Peningkatan keasamaan permukaan silika gel berbanding lurus dengan banyaknya gugus silanol dalam silika gel. Semakin banyak gugus silanol dalam silika gel, maka semakin besar kemampuannya untuk mendonorkan proton (Susila, dkk., 2011).

Penentuan Luas Permukaan Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Agung

Metode adsorpsi metilen biru bertujuan untuk menentukan waktu optimum terikatnya metilen biru pada situs aktif silika gel sehingga diperoleh luas permukaan silika gel. Dari metode adsorpsi metilen biru yang digunakan, di peroleh luas permukaan silika gel berbahan dasar abu vulkanik Gunung Agung sebesar 36.5514 m²/g.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Abu vulkanik Gunung Agung mengandung unsur silikon yang terdeteksi dalam bentuk senyawa oksidanya pada difraktogram X-RD dengan posisi

2θ=28.0753⁰. Hasil uji pendahuluan tersebut dapat menjadi data pendukung dalam proses sintesis silika gel.

Silika gel berhasil disintesis dengan berat rendemen yang diperoleh sebesar 15,05% b / b. Spektra FTIR menunjukkan karakteristik gugus fungsi silika gel pada bilangan gelombang ±3649,32 cm⁻¹ terindikasi ikatan -OH pada gugus fungsi silanol (Si-OH) untuk vibrasi ulur dan ±1687,71 cm⁻¹ untuk vibrasi tekuk. Pada bilangan gelombang ±1207,44 cm⁻¹ terindikasi ikatan Si-O pada gugus fungsi siloksan (Si-O-Si) untuk vibrasi ulur asimetris dan ±482,20 cm⁻¹ untuk vibrasi tekuk. Silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung memiliki struktur amorf yang teridikasi pada 2θ = 22.6563⁰. Silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung memiliki keasaman permukaan sebesar 18,0222 mmol/g dan luas permukaan sebesar 36.5514 m²/g.

Saran

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disarankan agar melakukan penelitian lebih lanjut mengenai sintesis silika gel dari abu vulkanik Gunung Agung dengan menggunakan variasi waktu dan temperatur.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada Laboratorium Penelitian, Program Studi Kimia, Universitas Udayana atas saran dan masukan dalam penulisan artikel ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Etifebriani, dan Sudjarwo, W. A. A. 2015. Sintesis Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud. *Prosiding: Seminar Nasional Teknologi Kimia, Industri dan Informasi Universitas Negeri Yogyakarta, Universitas Setia Budi Surakarta*. Yogyakarta. 1-7.
- JCPDS. 1980. *Mineral Powder Diffraction File, Data Book*. International Center of Diffraction Data. Pennsylvania.
- Jeffrey, C. Brinker., Scherer, W. George. 1990. *Sol-Gel Science: The Physic and Chemistry of Sol-Gel Processing*, 1th ed. Academic Press Inc. New York.
- Kalopathy, U., Proctor, A and Schultz, J. 2000. A Simple Methode for Production of Pure Silica from Reice Hull Ash. *Biresource Technology*. 73: 2357-260.
- Lisnawaty Simatupang, Devi. 2016. The Preparation and Charactezation of Sinabung Volcanic Ash as Silika Based Adsorbent. *Jurnal Pendidikan Kimia*,. 8 (3): 159-163.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., and Kiemle, D. J. 2005. *Spektrometric Identification of Organik Compound*, 7th ed. John Wiley and Sons. New York.
- Sudaryo dan Sutjipto. 2009. Identifikasi dan Penentuan Logam pada Tanah Vulkanik di Daerah Cangkirangan, Kabupaten Sleman dengan Metode Aanalisis Aktivasi Neutron Cepat. Seminar Nasional V SDM Teknologi. Yogyakarta. 5 November 2009.
- Suryani, S., Anih. 2014. Dampak Negatif Abu Vulkanik terhadap Lingkungan dan Kesehatan. *Jurnal Info Singkat Kesejahteraan Sosial*. 6 (4): 1-4.
- Susantoro, T. M., Wikantika, K. 2017. Penginderaan Jauh untuk Prediksi Potensi Bahaya dari Meletusnya Gunung Agung. *Disertasi*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi. Institut Teknologi. Bandung.
- Susila,K., Endang D., Siswani., dan Annisa, F. 2011. Pengaruh Jenis Asam pada Sintesis Silika Gel dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya terhadap Ion Logam Tembaga (II). *Prosiding: Seminar Nasional Kimia Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA. Universitas Negeri Yogyakarta*. 281-292.