

PENGARUH METODE PERENDAMAN DAN REFLUKS DALAM MENINGKATKAN KADAR SILIKA ABU VULKANIK GUNUNG SINABUNG

The Influence of Immersion and Reflux Methods In Increasing The Silica Content of The Volcanic Ash of Mount Sinabung

Rantika D Ginting, Wike S Simamora, Ahmad Ramadhan, Lisnawaty Simatupang*

Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Negeri Medan
Email : rantikaginting@gmail.com

ABSTRAK

Pengaruh metode perendaman dan refluks menggunakan asam klorida untuk meningkatkan kadar silika abu vulkanik gunung Sinabung telah dilakukan. Dalam perlakuannya abu vulkanik yang telah dipreparasi dengan ukuran 100 mesh diuji kadar awalnya dengan instrumen XRF. Selanjutnya abu ditambah dengan HCl 12 M dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam dengan perbandingan abu dan HCl yaitu 1:10 (w/v) menggunakan kedua metode tersebut. Setelah itu didestruksi dengan NaOH 4 M dan filtrat yang dihasilkan ditetesi dengan HCl 3 M sampai terbentuk gel dan kemudian diuji. Karakteristik dan analisa produk silika gel diuji dengan FTIR, XRD dan SEM-EDS. Berdasarkan hasil analisa menggunakan FTIR menunjukkan adanya gugus Si-O dari Si-O-Si dari kedua silika yang berhasil dibuat. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan berbentuk amorf. Berdasarkan pengujian menggunakan SEM-EDS kadar silika dihasilkan oleh metode perendaman yaitu sebesar 89,21% dan 66,15% untuk metode refluks dimana terjadi peningkatan kadar silika untuk metode perendaman dari kadar awal silika abu vulkanik sebesar 69,82% dan kedua silika gel tersebut mempunyai morfologi yang tampak sama, namun pada metode perendaman rongga dari pori yang terbentuk tampak lebih jelas.

Kata Kunci: Abu vulkanik gunung Sinabung, Silika Gel, Metode Perendaman, Metode Refluks, Kadar Silika.

ABSTRACT

The influence of immersion and reflux method using hydrochloric acid to increase the silica content of volcanic ash of mount Sinabung has been done. in the treatment of volcanic ash that has been prepared with the size of 100 mesh tested its initial level with XRF instrument. then the ash was added with 12 M HCl and heated at 100 ° C for 2 hours with the ash and HCl ratio of 1:10 (w / v) using both methods. thereafter in destruction with 4 M NaOH and the resulting filtrate was dropped with HCl 3 M until gel formed and then tested. The characteristics and analysis of silica gel products were tested with FTIR, XRD and SEM-EDS. based on the results of the analysis using FTIR showed the presence of Si-O group of Si-O-Si on both silica successfully made. characterization using XRD shows that the resulting silica is amorphous. based on the test using SEM-EDS silica content produced by the immersion method that is 89.21% and 66.15% for reflux method, where there is an increase of silica content for immersion method from the initial level of silica ash volcanic which is 69,82% and second The silica has a similarly visible morphology, but in the method of immersion the cavity of the pores formed it becomes clearer.

Keywords: Volcanic ash mount Sinabung, silica gel, immersion method, reflux method, silica content.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara dengan jumlah penyebaran gunung api yang sangat banyak dan tersebar pada jalur *ring of fire* dan salah satunya adalah gunung Sinabung. Gunung Sinabung merupakan salah satu gunung berapi aktif yang terdapat di wilayah Indonesia yang terletak di Provinsi Sumatera Utara. Sebelumnya Gunung Sinabung belum pernah tercatat meletus sejak tahun 1600. Tetapi kemudian aktif dan meletus pada tahun 2010 dan hingga sekarang masih tetap erupsi. Data BNPB menyebutkan, semenjak letusan akhir Agustus tahun 2010, Gunung Sinabung meletus beberapa kali, termasuk salah satu letusan terbesar pada 7 September 2010. Hingga saat ini, Gunung Sinabung terus-menerus mengalami erupsi dan mengeluarkan material abu vulkanik. Akibat dari letusan gunung tersebut timbul kabut asap yang tebal berwarna hitam kecoklatan disertai hujan pasir dan abu vulkanik yang menutupi ribuan hektar tanaman para petani yang berjarak dibawah radius enam kilometer (Alexander, 2010).

Berdasarkan penelitian Nakada dan Yoshimoto (2014) menyatakan kandungan kimiawi Abu vulkanik yaitu berupa SiO_2 sebesar 58,1%, Al_2O_3 sebesar 18,3%, CaO sebesar 8,05%, dan Fe_xO_y sebesar 7,09%. Kandungan abu vulkanik gunung Sinabung yang relatif melimpah, dapat digunakan sebagai bahan pembuatan adsorben silika. Pembuatan adsorben silika dalam bentuk silika gel dapat dilakukan dengan menggunakan bahan baku abu vulkanik

letusan gunung berapi, seperti yang telah dilaporkan oleh Sudjarwo dkk. (2015).

Silika gel adalah salah satu adsorben berbasis silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat (Na_2SiO_3). Sol mirip agar-agar dapat didehidrasi sehingga berubah menjadi padatan atau butiran mirip kaca yang bersifat tidak elastis. Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang dapat digunakan untuk keperluan adsorpsi karena memiliki gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) yang merupakan sisi aktif pada permukaannya. Di samping itu silika gel mempunyai pori-pori yang luas, berbagai ukuran partikel dan area permukaan yang khas (Kristianingrum dkk, 2011).

Penelitian mengenai pemanfaatan abu vulkanik pernah dilakukan oleh Sudjarwo dkk (2015) yaitu sintesis silika gel dari abu vulkanik Gunung Merapi. Sintesis dilakukan dengan metode sol gel via ekstraksi silika dengan teknik pemanasan muffle pada variasi suhu dan konsentrasi ekstraktor. Abu vulkanik diaktivasi dengan HCl menggunakan metode refluks dengan perbandingan konsentrasi. Hasil dicek menggunakan XRF untuk mengetahui kadar oksida logam. Hasil penelitian tersebut menunjukkan penambahan kadar silika relatif terhadap senyawa lain karena asam melarutkan oksida logam lain.

Penelitian sebelumnya tentang preparasi dan karakterisasi adsorben berbasis silika dari abu vulkanik Gunung Sinabung dilakukan oleh Simatupang dkk (2016). Abu

vulkanik Gunung Sinabung dianalisis kandungan bahan kimianya dengan metode XRF (X-Ray Fluorescence) dimana hasil analisis menunjukkan kandungan Si abu vulkanik sebesar $91,4 \pm 0,1\%$. Selanjutnya abu vulkanik diaktivasi menggunakan asam nitrat pekat dengan metode perendaman kemudian didestruksi dengan larutan NaOH 4M pada suhu 500°C untuk menghasilkan natrium silikat (Na_2SiO_3) filtrat yang dihasilkan diuji kandungan silikanya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dimana kadar silika yang diperoleh sebesar 17,85%.

Berdasarkan hal tersebut, maka perlu dilakukan penelitian mengenai pengaruh metode perendaman dan metode refluks dalam meningkatkan kadar silika dari abu vulkanik gunung Sinabung.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Oven, Neraca analitik, Tanur, Alat penggerus (mortar dan pestle), Ayakan 100 mesh, Corong Bunchner dan Erlenmeyer bercabang, Alat refluks, Desikator, Kertas saring whatman, pH indikator universal 1-14, Peralatan gelas dan Peralatan analisis meliputi: XRF, FTIR, XRD dan SEM-EDS.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu vulkanik Gunung Sinabung, NaOH, HCl dan Akuades.

Prosedur Kerja

Dalam penelitian ini menggunakan metode yang dilakukan Simatupang, dkk (2016) dengan beberapa modifikasi. Sehingga terdapat 3 tahapan dalam penelitian ini, yaitu:

Preparasi abu vulkanik

Abu diayak dengan ayakan 100 mesh lalu abu dianalisis dahulu kadar awalnya menggunakan XRF. Sampel yang lolos saringan ditimbang sebanyak 20 gram dan kemudian dipanaskan selama 2 jam pada suhu 100°C menggunakan 200 mL HCl pekat dengan dua variasi metode, yaitu metode perendaman dan metode refluks. Selanjutnya abu, didiamkan selama 24 jam dan kemudian di saring, lalu residu dicuci menggunakan aquades sampai pH netral. Kemudian dikeringkan didalam oven pada suhu 120°C selama 6 jam.

Sintesis adsorben silika dari abu vulkanik gunung Sinabung

Abu ditambahkan dengan larutan NaOH 4M sambil dididihkan dan terus diaduk sampai mengental selanjutnya abu dilebur pada suhu 500°C selama 3 jam. Kemudian abu yang telah dilebur ditambahkan dengan akuades dan didiamkan satu malam lalu disaring untuk mendapatkan filtratnya. Sebanyak 20 mL natrium silikat ditambahkan dengan HCl 3M sambil distirrer sampai terbentuk gel berwarna putih dan dilanjutkan sampai pH netral. Gel yang terbentuk selanjutnya didiamkan selama satu malam. Kemudian silika hasil sintesis disaring dan dibilas dengan akuades kemudian silika dikeringkan dalam oven

sampai kering. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM-EDS

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Abu Vulkanik Sinabung

Abu vulkanik Sinabung yang telah diayak dianalisis komposisi bahan kimia dengan XRF dimana hasil yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia abu vulkanik Sinabung hasil XRF

Kandungan	Jumlah (w%)
Al	33.410
Si	32.638
Fe	20.271
Sn	7.569
Ag	1.687
Ti	1.598
Sb	0.908
S	0.525
Mn	0.503
Mg	0.371
Zr	0.200
Zn	0.116
P	0.105
Co	0.081
Pb	0.018

Dari Tabel 1 terlihat bahwa komponen utama abu vulkanik gunung Sinabung adalah Al 33,410%, Si 32,638%, dan Fe 20,271%. Sedangkan komponen lainnya dalam jumlah yang sedikit ialah Mg, P, S, Ti, Mn, Co, Zn, Zr, Ag, Sn, Sb dan Pb. Berdasarkan kadar Si yang sebesar 32,638% tersebut maka kadar silika didalam abu vulkanik gunung Sinabung adalah sebesar 69,82 %.

Abu vulkanik direndam dengan HCl bertujuan untuk menghilangkan pengotor

berupa logam-logam yang terkandung di dalam abu tersebut (Lesbani,2011). Penggunaan HCl dalam proses pemurnian dikarenakan sifat kimia SiO₂ tidak larut/reaktif terhadap asam kecuali HF, sehingga tidak mengurangi rendemen SiO₂ yang terbentuk. Dengan berkurangnya logam pengotor tersebut diharapkan dapat meningkatkan kadar SiO₂ di dalam abu.

Hasil sintesis silika gel

Larutan natrium silikat yang telah dihasilkan kemudian dibuat menjadi silika gel melalui metode sol-gel dengan menggunakan larutan HCl 3M. Pada pembuatan silika gel, dilakukan penambahan HCl 3M pada 20 mL larutan Na₂SiO₃ secara tetes demi tetes hingga terbentuk gel berwarna putih. Silika yang terbentuk mengendap dalam bentuk gel dikarenakan terjadinya reaksi kondensasi. Penambahan HCl ke dalam larutan natrium silikat menyebabkan terjadinya reaksi pertukaran ion Na⁺ dengan H⁺ membentuk asam silikat bebas (H₂SiO₃), dimana asam silikat bebas ini bersifat tidak larut dalam asam kuat seperti HCl (Mori, 2003). Pada reaksi pembentukan silika gel, asam silikat bebas yang terbentuk akan mengalami reaksi polikondensasi membentuk dimer, trimer hingga polimer yang ditandai dengan pembentukan ikatan siloksan (Si-O-Si) dan pelepasan molekul air. Reaksi tersebut akan terus berlangsung sampai terbentuk produk berupa silika gel. Reaksi yang terjadi adalah:

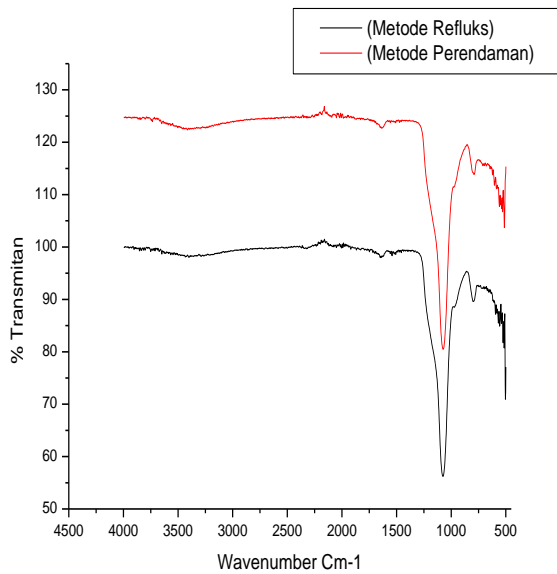
$$\text{Na}_2\text{SiO}_{3(\text{aq})} + 2\text{HCl}_{(\text{aq})} \rightarrow \text{H}_2\text{SiO}_{3(\text{s})} + 2\text{NaCl}_{(\text{aq})}$$

$$\text{H}_2\text{SiO}_{3(\text{s})} \rightarrow \text{SiO}_{2(\text{s})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$$

(Kalapathy dkk., 2000).

Hasil pengujian dengan FTIR

Silika gel yang diperoleh dari abu vulkanik gunung Sinabung dianalisis dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang berkaitan dengan silika gel.



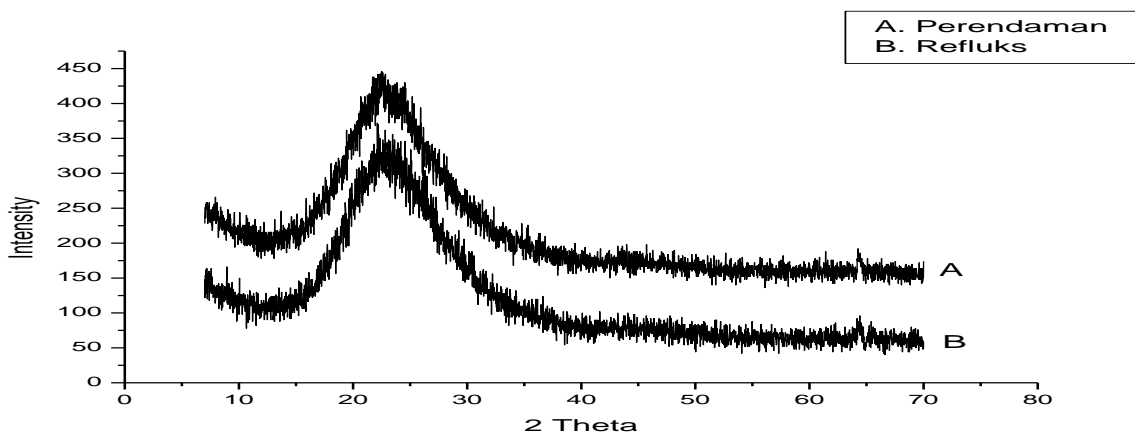
Gambar 1. Uji FTIR silika gel

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang 400-4500 cm^{-1} . Karakteristik FTIR di atas menunjukkan beberapa puncak yang dapat mengidentifikasi suatu gugus sebagai ciri khusus dari suatu senyawa. Uji FTIR yang dilakukan pada silika

gel diperoleh puncak serapan pada bilangan gelombang 1074,82 cm^{-1} untuk metode perendaman dan metode refluks pada bilangan gelombang 1073,94 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Sedangkan berturut-turut untuk metode perendaman dan refluks pita serapan pada bilangan gelombang 799,37 cm^{-1} dan 791,27 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur simetri dari -Si-O yang ada pada siloksan. Hal ini sesuai dengan penelitian Lisnawaty dkk. (2018) dimana silika gel yang dihasilkan dari abu vulkanik Sinabung mempunyai vibrasi ulur asimetri dari gugus fungsi Si-O pada gugus siloksan pada bilangan gelombang 1095,57 cm^{-1} dan diperkuat dengan bilangan gelombang 466.77 cm^{-1} , 798.53 cm^{-1} dan 2357.01 cm^{-1} untuk vibrasi ulur simetri dari -Si-O pada gugus Si-O-Si

Hasil pengujian dengan XRD

Analisis struktur kristal dari silika gel yang dihasilkan dilakukan dengan instrument XRD. Hasil analisis ditunjukkan pada gambar 2.

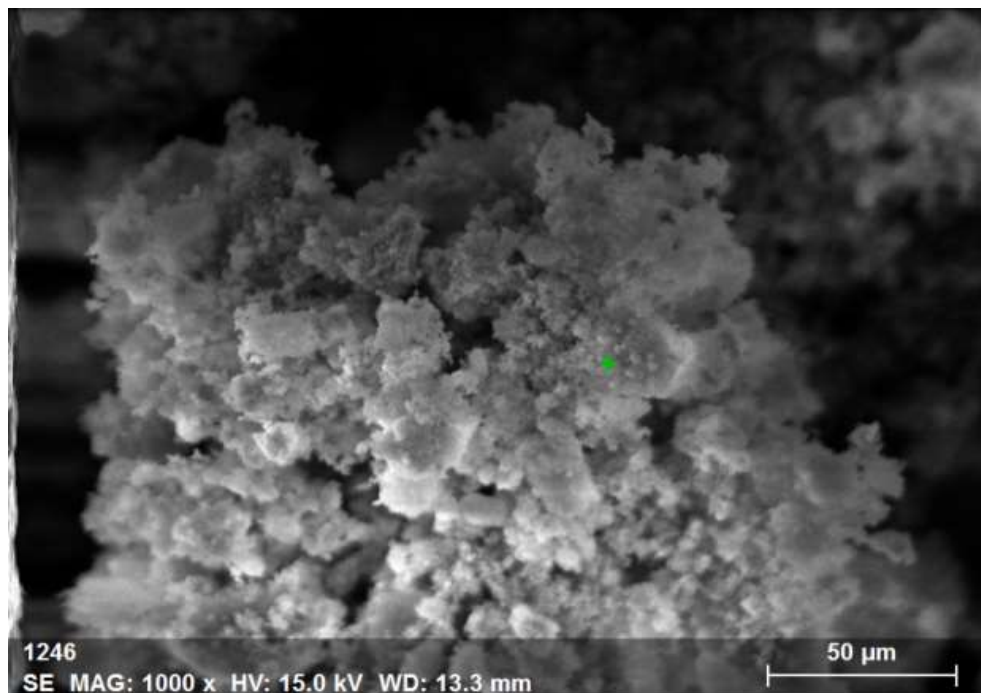


Gambar 2. Difraktogram silika gel

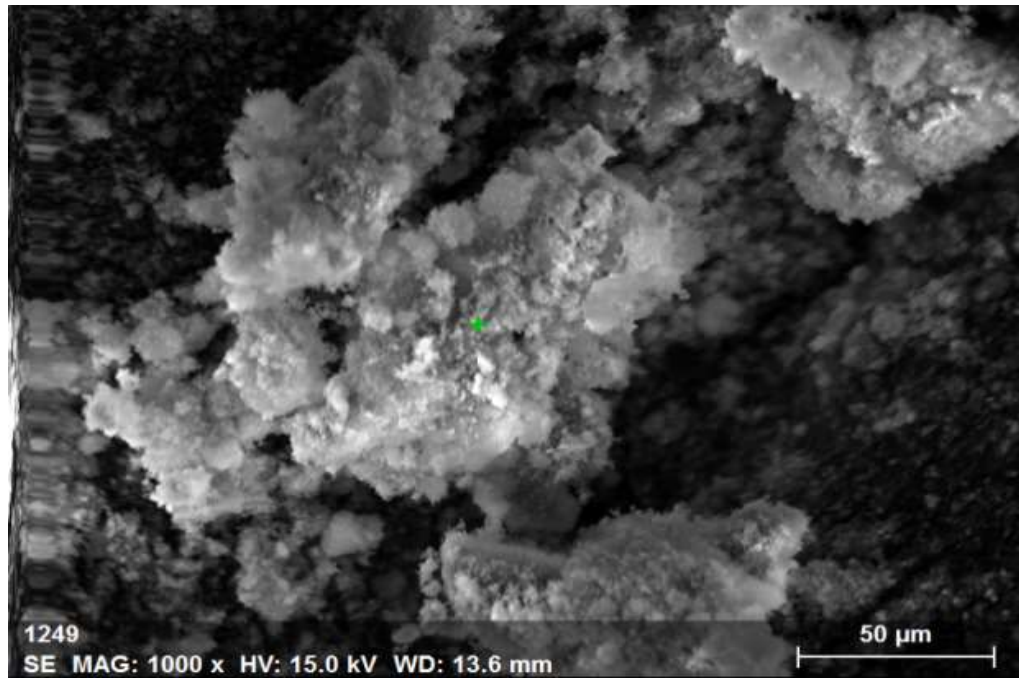
Dari hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa silika gel yang telah dihasilkan dari kedua metode bersifat amorf yang ditandai dengan nilai puncak yang melebar pada $2\theta = 22,64^\circ$; $2\theta = 22,24^\circ$; $2\theta = 20,00^\circ$, dengan puncak tertinggi pada $2\theta = 22,64^\circ$. Hal ini juga sesuai dengan penelitian Simatupang (2016) dimana silika gel yang disintesis dari abu vulkanik Gunung Sinabung memiliki pola difraksi dengan puncak melebar pada $2\theta = 22,72^\circ$. Menurut Kalapathy, dkk (2000) silika dengan puncak melebar di sekitar $2\theta = 20-22^\circ$ menunjukkan struktur amorf (kristalinitas yang rendah).

Hasil pengujian dengan SEM-EDS

Pengamatan morfologi dari silika gel menggunakan SEM ditunjukkan pada Gambar 3. Dimana untuk bagian a menunjukkan hasil SEM dari metode perendaman dan bagian b menunjukkan hasil SEM dari metode refluks. Pada kedua gambar terlihat ada rongga-rongga pori yang terlihat kasar dan tajam serta tidak beraturan. Gambar untuk kedua metode tampak memiliki model bentuk yang sama, namun pada gambar morfologi untuk metode perendaman rongga-rongga pori tampak lebih jelas.



a.



b

Gambar 3. Hasil Morfologi dari a.) Metode Perendaman dan b.) Metode Refluks menggunakan instrumen SEM

Pengujian komponen dan kadar penyusun silika gel untuk kedua metode dilakukan dengan menggunakan instrumen SEM dengan data EDS yang dapat dilihat pada Tabel 2. Sedangkan untuk hasil pengkonversian dari kadar silikon menjadi silika pada abu vulkanik gunung Sinabung dan silika gel dari kedua metode (www.empr.gov.bc.ca) dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 2. Hasil SEM-EDS silika gel

Kandungan	Jumlah (w%)	
	Metode Perendaman	Metode Refluks
O	51,14	56,09
Si	41,7	30,92
C	3,7	5,16
Al	1,71	3,88
Na	1,6	3,48
K	0,15	0,48

Tabel 3. Kadar silika hasil pengujian

Kandungan	Jumlah (w%)		
	Awal	Akhir Metode Perendaman	Akhir Metode Refluks
SiO ₂	69,82	89,21	66,15

Hasil SEM-EDS silika gel dari kedua metode menghasilkan kadar silika yang berturut-turut untuk metode perendaman dan metode refluks adalah sebesar 89,21% dan 66,15%. Berdasarkan kadar awal silika dari abu vulkanik gunung Sinabung yaitu sebesar 69,82%, maka pada metode perendaman terjadi peningkatan kadar silika menjadi sebesar 89,21% setelah melalui perlakuan untuk membentuk silika gel. Sedangkan untuk metode refluks terjadi penurunan kadar silika menjadi 66,15% setelah melalui perlakuan untuk membentuk silika gel. Penurunan pada

metode refluks dalam penelitian ini mungkin disebabkan oleh atom C yang masih terperangkap didalam abu pada proses pemanasan dengan metode refluks hal ini dibuktikan dengan adanya ikatan SiC dari data XRD yang dihasilkan sehingga dapat mengurangi SiO₂ yang diinginkan. Namun kadar silika yang didapat dari metode refluks menggunakan HCl 12 M pada penelitian ini lebih tinggi dari penelitian Sudjarwo dkk (2015) yang menghasilkan kadar silika sebesar 60,60 % dengan menggunakan metode refluks pada konsentrasi HCl 6 M. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka semakin tinggi kadar silika yang dihasilkan.

KESIMPULAN

1. Terjadi peningkatan kadar silika setelah menjadi silika gel untuk metode perendaman, dari yang semula kadar silika abu vulkanik sebesar 69,82% menjadi 89,21%, Tetapi terjadi penurunan pada kadar silika dari silika gel untuk metode refluks yaitu menjadi sebesar 66,15%.
2. Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya gugus Si-O dari Si-O-Si pada silika gel dari abu vulkanik Sinabung.
3. Silika gel yang dihasilkan berbentuk amorf dengan puncak yang melebar melebar pada $2\theta = 22,64^\circ$; $2\theta = 22,24^\circ$; $2\theta = 20,00^\circ$.
4. Berdasarkan morfologi dari silika gel yang dihasilkan tampak adanya rongga-rongga pori yang berbentuk kasar dan tajam serta

tidak beraturan untuk kedua metode, tetapi morfologi pada metode perendaman, rongga-rongga pori tampak lebih jelas.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada KEMENRISTEK DIKTI yang telah mendanai penelitian ini melalui Program Kreativitas Mahasiswa Penelitian Eksakta.

DAFTAR PUSTAKA

- Alexander, 2010, Waspada Gunung Sinabung. Diakses dari <http://www.medanmagazine.com>, (21 Juni 2018).
- Kalpathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*. 73: 257-262.
- Kristianingrum, S., Endang, D, S dan Anissa, F., 2011, Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel Dari Abu Bagasse Dan Uji Sifat Adsorptifnya Terhadap Ion Logam Tembaga(II). *Jurnal Pendidikan Kimia*, Yogyakarta.
- Lesbani, A., (2011), Studi Interaksi Vanadium dan Nikel dengan Pasir Kuarsa. *Jurnal Penelitian Sains* 14(4): 14410.
- Mori, H., 2003, Extraction of Silicon Dioxide from Waste Colored Glasses by Alkali Fusion Using Sodium Hydroxide, *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 111(6): 376-381.
- Nakada, S., dan Yoshimoto, M., 2014, Eruptive Activity of Sinabung Volcano in 2013 and 2014, *Earthquake Research Institute*, The University of Tokyo.
- Simatupang, L., dan Devi., 2016, The preparation and characterization of Sinabung volcanic ash as silica based adsorbent. *Jurnal Pendidikan Kimia*, Medan.

- Simatupang, L., Siburian, R., Sitanggang, P., Doloksaribu, M., Situmorang, M., dan Marpaung, H., 2018, Synthesis and Application of Silica Gel Base on Mount Sinabung's Fly Ash For Cd(II) Removal With Fixed Bed Column. *Rasayan J.Chem.* 11(2):819-827.
- Sudjarwo, W. A. A., Wibowo, Y. M., dan Dipayana, D. K., 2015, Sintesis Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Merapi. *Prosiding Semina Nasional Teknologi Kimia, Industri, dan Informasi 2.*
- Vogel., 1985, *Buku teks analisis anorganik kualitatif makro dan semimikro*, Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- www.empr.gov.bc.ca, (01 Juli 2018).