

PENGARUH pH SILIKA BERBASIS ABU VULKANIK TERHADAP KOMPOSIT SiO_2 - MgO SEBAGAI KANDIDAT SEAL FUEL CELLS

Muchamad Rijal

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya
Email : muchamad_rijal@yahoo.com

Dr. Z.A. Imam Supardi, M.Si.

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya

Abstrak

Pada penelitian ini abu vulkanik letusan Gunung Kelud dimanfaatkan sebagai bahan penghasil silika (SiO_2). Ekstraksi dilakukan menggunakan metode hidrotermal-kopresipitasi, dengan jalan mereaksikannya kedalam larutan NaOH sehingga didapatkan larutan sodium silikat (Na_2SiO_3). Sodium silikat kemudian dititrasi dengan HCl 2M hingga mencapai pH akhir larutan (pH 7, pH 4, dan pH 1). Silika gel yang terbentuk dikeringkan pada suhu 100°C selama 1 jam hingga diperoleh serbuk silika. Serbuk silika dikompositkan dengan serbuk MgO dan ditambah PVA sebagai bindernya, kemudian dikompaksi dengan tekanan 4,5 kPa dan di-sinter 1000°C selama 4 jam. Hasil analisa XRD menggunakan *software match!2* menunjukkan bahwa sampel telah membentuk komposit yang ditandai dengan tumbuhnya fasa forsterit, periklas, dan kristobalit akibat suhu sintering 1000°C . Sedangkan hasil uji XRF menunjukkan bahwa kemurnian silika pH7 sebesar 77.8%, pH4 sebesar 91.7%, dan pH1 sebesar 98.5%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kemurnian silika meningkat seiring menurunnya nilai pH akhir. Akibatnya nilai kekerasan komposit SiO_2 -MgO juga meningkat. Hal ini terbukti dari uji *Hardness Vickers*, yang menunjukkan nilai kekerasan SiO_2 pH7-MgO sebesar 52,34 HV (166,3 GPa), SiO_2 pH4-MgO sebesar 67,54 HV (215,5 GPa), dan SiO_2 pH1-MgO sebesar 73,40 HV (229,6 GPa). Karena kekerasannya telah melebihi 14-35 kPa, maka sampel dapat dikategorikan sebagai kandidat bahan *seal fuel cell*.

Kata kunci: silika (SiO_2), abu vulkanik, dan *seal fuel cell*.

Abstract

The study of the volcanic ash eruption of Mount Kelud used as ingredient producer of silica (SiO_2). Extraction using hydrothermal-coprecipitation method, by reacting them into a solution of NaOH to obtain a solution of sodium silicate (Na_2SiO_3). Sodium silicate is then titrated with 2 N HCl to final pH of solution (pH 7, pH 4 and pH 1). Silica gel formed is dried at 100°C for 1 hour to obtain a silica powder. Silica added powders with MgO powder and PVA as binders, then compacted under pressure 4.5 kPa and sintered at 1000°C for 4 hours. Results of XRD analysis use *software match!2* indicates that the sample has formed a composite that is characterized by the growth phase forsterite, periclase, and cristobalite due to the sintering temperature of 1000°C . While the XRF test results showed that the purity of silica in pH7 is 77.8%, pH4 is 91.7% and pH1 is 98.5%. The results showed that the purity of the silica increases with decreasing pH value end. As a result, the value of SiO_2 -MgO composite violence also increased. This is evident from the Vickers Hardness test, which showed a hardness value of SiO_2 pH7-MgO is 52.34 HV (166.3 GPa), SiO_2 -MgO pH4 is 67.54 HV (215.5 GPa), and SiO_2 pH1-MgO is 73.40 HV (229.6 GPa). Because of its hardness has exceeded 14-35 kPa, then the sample can be categorized as a candidate for fuel cell seal material.

Keywords: silica (SiO_2), volcanic ash, and *seal fuel cell*.

PENDAHULUAN

Ketersediaan bahan alam di Indonesia begitu melimpah, baik yang terhampar di permukaan bumi ataupun yang terkandung di dalamnya. Pada Pebruari 2014 yang lalu, Gunung Kelud yang terletak pada koordinat $7^\circ 56' 00''$ LS dan $112^\circ 18' 30''$ BT dengan ketinggian 1.731 mdpl, telah meletus dan memuntahkan material vulkanik dari dalam perut bumi dengan jumlah

yang besar [1]. Material tersebut memiliki kandungan partikel yang sangat bagus dan berkualitas tinggi, hampir sebagian besar industri memerlukan partikel tersebut. Dengan meletusnya gunung maka usaha untuk mendapatkan bahan alam tersebut semakin mudah.

Salah satu material vulkanik yang paling banyak dijumpai adalah abu vulkanik. Abu vulkanik tergolong dalam material yang bagus karena telah mengalami proses pemanasan pada suhu yang sangat tinggi di dalam perut

bumi. Abu vulkanik mengandung berbagai unsur yang berkualitas seperti silika, alumina, kalsit, dll. Dari semua unsur tersebut, silika memiliki prosentase paling besar bahkan prosesentasenya bisa mencapai lebih dari 50% [2]. Sehingga menjadikan abu vulkanik sebagai kandidat bahan alam penghasil silika.

Tabel 1. Kandungan abuvulkanik

Kandungan	G. Kelud ²	G. Sinabung ³	G. Merapi ⁴
SiO ₂	70,6 %	74,3%	63,9%
Al ₂ O ₃	9%	3,3%	17,67%
CaO	0,7%	1,79%	7,1%
Dll	19,7	20.61%	11.33%

Silika merupakan material semikonduktor yang memiliki massa jenis sebesar 2,65 g/cm³ dengan titik didih 2.230°C [5]. Terhadap perubahan temperatur, struktur silika akan bertransformasi menjadi beberapa bentuk, diantaranya adalah quarts, tridimit, dan kristobalit [6]. Dengan sifat-sifat tersebut silika dapat diaplikasikan sebagai bahan adsorben, biomaterial, penguat (*filler*), katalis, *antifogging*, dan lain-lain.

Ekstraksi silika dari abu vulkanik bisa dilakukan menggunakan metode hidrotermal-kopresipitasi. Metode ini terdiri dari dua tahapan, yaitu tahap pembuatan prekursor dan tahap pemisahan pengotor. Tahap pembuatan prekursor dikenal dengan nama hidrotermal. Proses ini berlangsung pada suhu rendah, yaitu 100°C sehingga hanya mengkonsumsi energi dalam jumlah yang kecil. Proses hidrotermal terjadi ketika abu vulkanik direaksikan dengan larutan NaOH, dari reaksi tersebut akan dihasilkan sodium silikat (Na₂SiO₃) sebagai prekursor silika. Sedangkan tahap pemisahan pengotor lebih dikenal dengan proses kopresipitasi. Kopresipitasi bertujuan untuk mengikat pengotor-pengotor di dalam prekursor sodium silikat, sehingga silika mengendap didasar larutan dengan kondisi murni. Kopresipitasi dilakukan dengan bantuan agen pelarut HCl. Kopresipitasi juga berlangsung pada suhu 100°C [7]. Proses kopresipitasi sangat menentukan karakteristik silika yang akan didapatkan.

Salah satu aplikasi silika yang sedang berkembang saat ini adalah pada bidang *fuel cell*. Pada teknologi ini silika bisa diterapkan sebagai *seal*, yang mengikat tumpukan *cells*. Pembuatan *seal fuel cells* bisa dilakukan dengan mengkompositkan SiO₂ dengan MgO. Pengkompositan bertujuan agar *seal fuel cell* bisa bertahan pada suhu operasi 650°C-900°C [8]. Pada suhu tersebut bahan akan mengalami perubahan tekanan antara 14-35 kPa [9].

Riset tentang *seal fuel cell* telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Istiqomah (2013), yang memanfaatkan komposit SiO₂-MgO dengan melakukan variasi pada komposisinya untuk mendapatkan nilai densitas 2,75 g/cm³ dan porositas yang terbaik 38,23% [10]. Kemudian Fahad (2014), menambahkan B₂O₃ pada komposit SiO₂-MgO untuk menurunkan nilai porositas dari SiO₂-MgO. Pratapa dkk (2015) juga melakukan hal yang sama dengan Fahad, namun ia mendapatkan hasil yang lebih baik. Bahkan ia juga telah melakukan analisa terhadap nilai kekerasannya, dan didapatkan nilai kekerasan yang terbaik adalah 3,6 GPa [11].

Selama ini riset tentang seal fuel cell lebih banyak tertuju pada analisa densitas dan nilai pori saja. Oleh karena itu penelitian tentang *seal fuel cell* yang berfokus pada nilai kekuatan bahan perlu dikembangkan.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

1. Sintesis Silika

Adapun alat-alat yang digunakan dalam proses sintesis silika adalah gelas kimia dengan berbagai ukuran, pipet tetes kimia, termometer, pH meter, kertas saring, *magnetic stirrer*, *furnace* (Pemanas), neraca analitik, corong, dan krusibel, mortar dan aluminium foil. Sedangkan bahan-bahan yang diperlukan adalah abu vulkanik Letusan Gunung Kelud natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl) dan aquades.

2. Pembuatan Komposit SiO₂-MgO

Alat-alat yang digunakan dalam membuat komposit adalah *ball milling*, *milling*, spatula, cawan, *tissue*, dan kompaksi. Sedangkan bahan yang dibutuhkan adalah serbuk silika (SiO₂), serbuk MgO (Pro Analisis 97%) dan PVA.

Sintesis silika

Sebanyak 5 gram abu vulkanik dilarutkan kedalam 60 ml NaOH. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ±100° C selama ±2 jam. Selanjutnya ditambah dengan aquades sebanyak 250 ml, dan terbentuk larutan natrium silikat (Na₂SiO₃) yang nantinya berfungsi sebagai prekursor silika. Kemudian natrium silikat dititrasi dengan HCl 2 M sampai mencapai pH akhir 7, 4, dan 1, sambil distirrer pada suhu ±100° C. Larutan didiamkan hingga partikel-partikel berwarna putih tersebut mengendap. Sampel kemudian dicuci menggunakan aquades beberapa kali. Setelah itu endapan putih yang terbentuk tersebut diambil menggunakan kertas saring. Endapan putih (gel silika) yang telah didapatkan kemudian di-ageeng pada suhu 110° C selama 24 jam. Tujuannya adalah untuk menghilangkan kandungan air yang ada pada gel silika. Silika yang telah

diberi perlakuan *ageeng* tersebut, akan terbentuk dengan wujud padatan berwarna putih. Lalu gerus menggunakan mortar hingga halus, dan dikarakterisasi menggunakan alat XRF dan XRD.

Pembuatan Komposit $\text{SiO}_2\text{-MgO}$

Serbuk silika dicampurkan dengan serbuk MgO dengan perbandingan 1:1. Ditambahkan juga PVA sebagai *binder*. Kemudian di-*milling* selama 1 jam. Setelah itu dikompak dengan tekanan 4.500 Pa dan ditahan selama 3 menit. *Die press* yang digunakan termasuk golongan yang bisa membuat sampel dengan ukuran diameter 1 cm. Sampel kemudian dipanaskan hingga suhu 1000°C di dalam *furnace*, dan ditahan selama 4 jam. Sampel kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Hardness Vickers* (HV).

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Sintesis Silika

Tabel 2. Hasil sintesis silika abu vulkanik Gunung Kelud.

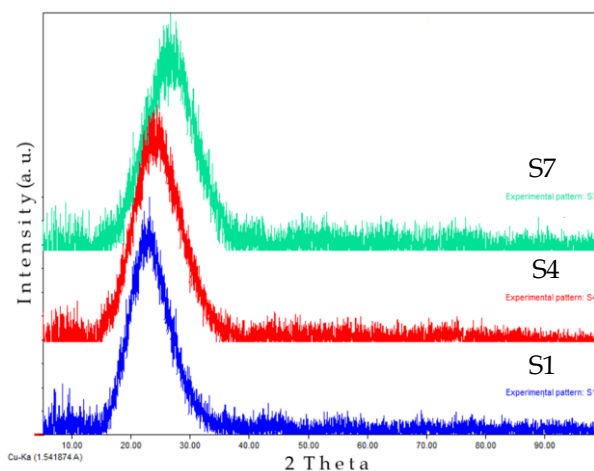
No.	pH	Massa abu vulkanik (gr)	Massa silika (gr)
1	7	5	1.7
2	4	5	1.4
3	1	5	0.7

Penurunan massa silika bisa disebabkan karena HCl yang berikatan dengan zat pengotor intensitasnya semakin besar. Sehingga banyak zat pengotor yang tidak ikut mengendap ketika proses kopresipitasi terjadi. Dengan demikian maka massa silika yang didapatkan cenderung menurun [12]. Banyaknya pengotor yang terikat oleh HCl bisa dilihat dari hasil uji XRF terhadap silika pada tabel 3. Semakin banyak zat pengotor yang terikat, maka kemurnian silika semakin meningkat.

Tabel 3. Hasil analisa XRF pada sampel silika

No.	Jenis senyawa	pH 1	pH 4	pH 7
1	SiO_2	98.5 %	91.7 %	77.8 %
2	Fe_2O_3	0.77 %	0.48 %	3.52 %
3	CaO	0.49 %	0.57 %	0.55%
4	Lain-lain	0.24%	7.25%	18.3%

Untuk melihat strukturnya dilakukan uji XRD terhadap silika, kemudian dianalisa dengan bantuan *software match!2*. Sebelumnya sampel diberi kode terlebih dahulu. Kode S7 untuk sampel yang disintesis hingga pH akhir 7, untuk pH akhir 4 diberi kode S4, dan untuk pH akhir 1 diberi kode S1. Hasil analisa XRD serbuk silika dipaparkan pada gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram sinar-X dari silika (SiO_2) yang disintesis hingga pH akhir 7, 4, dan 1.

Dari hasil difraksi sinar-X yang dianalisa menggunakan *software Match!2* tampak bahwa silika yang disintesis hingga pH akhir 7 terlihat pada sudut $2\theta=26.67^\circ$. Sedangkan silika yang disintesis hingga pH akhir 4 terlihat pada sudut $2\theta=24.29^\circ$ dan yang disintesis hingga pH akhir 1 terlihat pada sudut $2\theta=23.54^\circ$. Perbedaan sudut dari masing-masing sampel menunjukkan bahwa keberadaan silika tidak hanya ada pada satu sudut saja. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Tse, J.S. *et al* (dalam Hanafi, 2010), dimana silika terletak pada rentang sudut $2\theta= 20 - 27^\circ$. Pada kondisi tersebut silika yang terbentuk memiliki fasa *quartz* rendah, dengan massa jenis rata-rata $2,65 \text{ g/cm}^3$ (PDF No 96-101-1160).

2. Hasil Pembuatan Komposit $\text{SiO}_2\text{-MgO}$

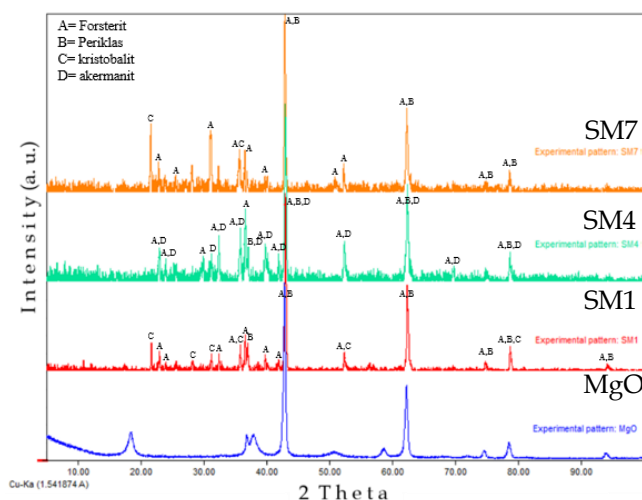


Gambar 2. Bentuk pellet dari komposit Silika 1 – MgO , Silika 4 – MgO , dan Silika 7 – MgO

SM1 adalah silika pH 1 yang dikompositkan dengan MgO , SM4 adalah silika pH 4 yang dikompositkan dengan MgO , dan SM7 adalah silika pH 7 yang dikompositkan dengan MgO . Dari hasil pengukuran diperoleh rata-rata pellet memiliki ukuran diameter sebesar 1,1 cm.

Dari hasil analisa *Match!2* terhadap difraksi sinar-X serbuk MgO pada gambar 3, terlihat bahwa serbuk MgO memiliki beberapa puncak khas yang berada pada sudut $2\theta= 62.01^\circ, 36.78^\circ, 42.75^\circ, 62.01^\circ, 74.41^\circ, 78.28^\circ$, dan 93.59° . Diketahui juga bahwa serbuk MgO memiliki bentuk struktur kubik, dengan panjang *unit cell* $a=4.2270$

A, densitasnya sebesar $3,54 \text{ g/cm}^3$ (PDF no. 96-411-1969).



Gambar 3. Difraktogram sinar X pada SM1, SM4, SM7, dan MgO.

Pada SM7 sebelum dilakukan sintering 1000°C selama 4 jam, hanya terdapat silika dengan fasa quartz dan MgO. Setelah dilakukan sintering tampak dari analisa *match!*2 telah muncul fasa forsterit (Mg_2SiO_4) dengan prosentase 49,5% (PDF no. 96-900-4325), fasa periklas sebesar 32,1 % (PDF no. 96-101-1174), dan fasa kristobalit 18,4% (PDF no. 96-101-0945).

Pada sampel SM4 terbentuk beberapa fasa diantaranya forsterit (52,3%), periklas (32%), dan akermanit (15,7%) (PDF no. 96-900-6940). Fasa akermanit memiliki rumus fungsi $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$. Munculnya unsur Ca adalah dari sintesis silika yang masih mengandung pengotor, salah satunya adalah atom Ca, hal ini bisa dilihat pada hasil uji XRF terhadap sampel silika.

Pada sampel SM1 juga terbentuk fasa, yaitu periklas (48,9%), forsterit (47,7%), dan kristobalit (3,4%). Secara umum munculnya fasa-fasa pada komposit SiO_2 -MgO membuktikan bahwa sampel yang telah dibuat tergolong sebagai material komposit, terutama fasa forsterit. Munculnya fasa forsterit sesuai dengan teori, bahwa fasa forsterit sudah terbentuk pada suhu 730°C , namun masih dalam bentuk amorf. Lalu pada suhu 800 - 1000°C , fasa forsterit akan tumbuh menjadi bentuk kristal [13].

Perlakuan suhu 1000°C selama 4 jam terhadap sampel mempengaruhi bentuk struktur SiO_2 dan MgO. Proses perubahan bentuk struktur SiO_2 dan MgO tersebut juga diikuti interaksi antar keduanya yang menghasilkan beberapa fasa baru seperti forsterit dan akermanite. Interaksi bisa menamahi kekuatan sampel. Selain itu

munculnya fasa-fasa baru tersebut sebagai tanda bahwa sampel telah menjadi material komposit.

Dari difraktogram XRD, dapat dilihat bahwa struktur yang terbentuk setelah *sintering* adalah struktur kristalin, ditandai dengan munculnya peak-peak pada sudut tertentu. Dengan bantuan persamaan *Scherrer*, ukuran kristal yang terbentuk bisa ditentukan [14],

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

dengan keterangan D adalah ukuran kristal ($\text{\AA}$), k adalah konstanta (0,9), λ adalah panjang gelombang yang digunakan pada XRD ($1,541874 \text{ \AA}$), β adalah FWHM, dan θ adalah sudut difraksi.

Tabel 4. Hasil penentuan ukuran kristal menggunakan persamaan *Scherrer*.

No	Nama sampel	Ukuran ($\text{\AA}$)	Ukuran (nm)
1	SM7	9,68	0,97
2	SM4	4,62	0,46
3	SM1	4,68	0,47

Dari tabel di atas tampak bahwa ukuran kristal cenderung menurun seiring dengan menurunnya nilai pH akhir silika.

3. Uji Kekerasan

Uji kekerasan dilakukan untuk melihat seberapa besar tingkat kekerasan yang dimiliki oleh sampel. Uji ini sangat berguna bagi bahan *seal fuel cells* yang berfungsi sebagai penyekat antar *cell*.

Tabel 5. Uji Kekerasan terhadap sampel SM1, SM4, dan SM7.

No.	Sampel	Hasil (HV)	N/mm^2 (GPa)
1	SM7	52,34	166,3
2	SM4	67,54	215,5
3	SM1	73,40	229,6

Dari hasil pengujian kekerasan pada tabel 5. tampak bahwa SM1 memiliki nilai kekerasan yang paling tinggi. Secara keseluruhan nilai kekerasan meningkat seiring semakin kecilnya pH akhir larutan. Hal ini bisa disebabkan karena kemurnian partikel silika sebagai unsur utama penyusun komposit. Jika dilihat pada hasil analisa XRF, kemurnian silika meningkat seiring dengan turunnya nilai pH akhir silika.

Selain itu ukuran kristalin yang semakin kecil juga menyebabkan nilai kekerasan meningkat. Semakin kecil ukuran kristal menyebabkan luas permukaan yang berinteraksi semakin besar, dan menyebabkan ikatan antar

partikel semakin kuat. Sehingga nilai kemampuan fisik dari bahan juga akan meningkat, termasuk dalam hal ini adalah nilai kekerasannya. Serta sampel SM1 menunjukkan peak yang tinggi, artinya bahwa SM1 lebih kristalin dibanding sampel yang lain. Benda yang memiliki struktur kristalin cenderung memiliki kekuatan fisik yang lebih bagus, termasuk juga pada nilai kekerasannya.

PENUTUP

Simpulan

- Variasi pH akhir larutan menghasilkan silika dengan kemurnian yang berbeda-beda. Semakin kecil pH akhir larutan semakin besar kemurnian silika. Tercatat bahwa nilai kemurnian tertinggi diperoleh pada silika dengan pH akhir 1, yaitu sebesar 98,5%.
- Karena kemurnian silika meningkat, maka nilai kekerasan komposit juga meningkat. Artinya pH akhir silika sangat berpengaruh dalam pembuatan komposit SiO₂-MgO. Dari hasil uji *Hardness Vickers* rata-rata sampel memiliki nilai kekerasan yang lebih dari 14-35 kPa, dengan perolehan tertinggi 229,6 GPa yang dimiliki oleh SM1 (SiO₂ pH1-MgO). Dengan hasil tersebut maka sampel dapat dikategorikan sebagai kandidat *seal fuel cells*.

Saran

Untuk mengembangkan teknologi *seal fuel cells*, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan uji resistivitas listrik dan mencari nilai ekspansi termalnya sebagai syarat pelengkap pembuatan *seal fuel cells*.

DAFTAR PUSTAKA

- Badan Nasional Penanggulangan Bencana (BNPB). 2012. *Baseline Kegunung Apian Indonesia*. Jakarta: BNPB.
- Balai Konservasi Borobudur. 2014. *Erupsi Gunung Kelud, Candi Borobudur Ditutup*. Online: <http://kebudayaan.kemdikbud.go.id/.html>, online [diakses tanggal 20 Maret 2015].
- Karolina, R., Syahrizal, Putra, M.A., Prasetyo, T.A. 2015. *Optimization of The Use of Volcanic Ash of Mount Sinabung Eruption as The Substitution for Fine Aggregate*. Science direct 125:669-674 [doi: 10.1016/j.proeng.2015.11.102]
- Safitri, M.F. 2012. Adsorpsi Zat Warna Methyl Orange Menggunakan Pasir Vulkanik Gunung Merapi. *Jurnal Kimia* Vol.01 No.03
- Retnosari, A. 2013. *Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika (SiO₂) Hasil Ekstraksi Dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara*. Skripsi
- Kosim, M. 2014. *Studi Pengaruh Penambahan SiO₂ Terhadap Porositas γ -Al₂O₃*. Skripsi: Unesa
- Nisa, Z. 2015. *Studi Morfologi Silika Hasil Kalsinasi Dengan Metode Sintesis Hidrotermal-Kopresipitasi*. *Jurnal Fisika* vol.04 no.01.
- Singh, R.N. 2012. *Innovative Self-Healing Seals for Solid Oxide Fuel Cells (SOFC)*. DOE Award DE-09FE001390: University of Cincinnati.
- Fahad. 2014. Analisis Komposisi Fasa Keramik Berbasis SiO₂-MgO dengan Penambahan B₂O₃ Pada Temperatur Sinter 1150°C. *J. Sains dan seni pomits* Vol.3, No1, 2337-3520.
- Istiqomah. (2013). *Sifat Fisis dan Fasa Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO*. *J. Teknik Pomits* vol.1, no.1:1-3.
- Pratapa, S., Musyarofah, Nurbaiti, U., Dewa, E., Triwikantoro, Mashuri, Firdaus, S. (2015). *Use of Natural Silica Sand as A Component for Prospective Fuel Cell Sealing Materials*. *Adv. Materials Research* vol 1123 pp 383-386.
- Januar, A. 2013. *Pengaruh pH Akhir Larutan Pada Sintesis Nanosilika Dari Bahan Lusi Dengan Metode Kopresipitasi*. *JIFI* Vol.02 No.03 (7-10).
- Pahlepi, R. 2013. *Pengaruh Penambahan Komposisi MgO Pada SiO₂ Terhadap Karakterisasi Komposit MgO-SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi*. Skripsi: Universitas Lampung.
- Azimi, S., Moghadam, MRS. 2013. *Synthesis and Characterization of the Pd/SiO₂ Nanocomposite by the Sol-Gel Methode*. *Nanoscience & Nanoengineering* 1(2): 94-97 doi: 10.13189/nn.2013.010202.