

SINTESIS SiO_2 BERBAHAN DASAR ABU VULKANIK SEBAGAI ADSORBEN ION $\text{Pb}[\text{II}]$

Muchammad Nizar

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya
Email : nizarmuchammad@gmail.com

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

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Surabaya

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis silika gel sebagai adsorben ion $\text{Pb}[\text{II}]$ serta mendeskripsikan porositas SiO_2 sebelum dan setelah digunakan sebagai adsorben. Bahan baku berasal dari abu vulkanik yang digunakan untuk membuat natrium silikat (Na_2SiO_3) sebagai prekursor, HCl digunakan sebagai katalis dan aquades sebagai pelarut, dengan metode hidrotermal-kopresipitasi. Dalam penelitian ini waktu kontak antara silika gel dengan ion $\text{Pb}[\text{II}]$ digunakan sebagai variabel manipulasi. Prosedur adsorpsi dilakukan dengan cara silika gel sebanyak 250 mg diinteraksikan dengan 20 ml ion $\text{Pb}[\text{II}]$ 5 ppm, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 80 rpm selama 10, 20, 30, 40, 50, 60 menit. Kemudian diendapkan dengan *centrifuge* dengan kecepatan 2000 rpm selama 30 menit. Filtratnya diuji dengan alat AAS untuk mengetahui konsentrasi yang teradsorpsi sementara endapannya diuji dengan metode BET untuk mengetahui porositasnya. Daya dan efisiensi adsorpsi silika gel hasil sintesis terhadap ion logam $\text{Pb}[\text{II}]$ terbaik terjadi pada waktu kontak selama 20 menit. Daya dan efisiensi adsorpsi yang dimiliki sebesar 0.39952 mg/g, 99,88 %. Porositas silika yang meliputi luas permukaan sebelum digunakan untuk adsorpsi sebesar 106,68 m^2/g dan setelah diadsorpsi menjadi 1174 m^2/g . Untuk volume pori dan ukuran partikel pori SiO_2 sebelum digunakan sebesar 1,29 cc/g, 24,3 nm setelah digunakan untuk adsorpsi menjadi 1,34 cc/g, 2,29 nm.

Kata Kunci : Adsorpsi, Porositas, Silika, *Centrifuge*

Abstract

The purpose of this research is synthesized silicate (SiO_2) as an adsorbent ion $\text{Pb}[\text{II}]$, then described power and efficiency of adsorption, as soon as described (SiO_2) porosities before and after had used an adsorbent. Raw material content from a Kelud volcanic dust that was used to develop sodium silicate (Na_2SiO_3) as a precursor. HCl was used as a catalyst and aquadest as a solvent. In this research interaction time between silicate with ion $\text{Pb}[\text{II}]$ were used as a manipulation variable. The step of adsorption method was reacted 250 mg silicate with 20 ml 5 ppm ion $\text{Pb}[\text{II}]$, then mixed it with magnetic stirrer with speed 80 rpm during (10,20,30,40,50,60) minutes. Precipitation method was done by centrifuge during 30 minutes with speed 2000 rpm. A liquid from filtration was analyzed by AAS and precipitate was analyzed by BET test. The best power and efficiency adsorption from AAS result could be found at interaction time during 20 minutes. The power and efficiency adsorption were 0.39952 mg/g and, 99,88 %. A silicate porosities included surface area before adsorption is 106,68 m^2/g , after adsorption is 1174 m^2/g . The porous volume and particle size before adsorption is 1,29 cc/g and 24,3 nm, and then after adsorption is 1,34 cc/g and 2,29 nm.

Keywords : Adsorption, Porosity, Silicate, *Centrifuge*

PENDAHULUAN

Limbah cair industri merupakan buangan yang dihasilkan dari berbagai proses produksi di industri. Umumnya limbah cair industri mengandung logam berat seperti Pb, Cd, Fe, Cu, Cr, Zn, Ni dan lain sebagainya (Darmono, 2001). Limbah cair tersebut jika dibuang ke lingkungan secara langsung dapat merusak ekosistem yang ada bahkan bisa beracun bagi manusia karena di dalam limbah cair mengandung logam berat yang

berbahaya jika konsentrasi tinggi dan melebihi ambang batas, di atas 500 mg/L (Hui dkk., 2005). Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk mengurangi konsentrasi logam berat dari limbah cair, diantaranya adalah *advanced oxidation process* (Martinez dkk., 2003), *ion-exchange* (Rengaraj dkk., 2006), *membrane separation* (Mavrov dkk., 2003) dan *reverse osmosis* (Turek dkk., 2006). Metode - metode tersebut membutuhkan harga peralatan dan biaya operasional yang besar. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian

untuk mendapatkan metode yang lebih murah tetapi juga efisien. Mengolah limbah cair dengan metode *adsorption* merupakan teknologi yang mudah dan sesuai untuk mengolah limbah cair industri. Penggunaan adsorben yang murah dan ramah lingkungan perlu dilakukan agar biaya proses adsorpsi dapat ditekan (Kristianingrum, 2014). Adsorben dari bahan alam yang ramah lingkungan atau material hasil limbah industri merupakan bahan yang potensial untuk digunakan. Adapun syarat sebagai adsorben memiliki luas permukaan adsorben yang luas, volume pori yang besar, ukuran partikel pori yang kecil yang ditunjukkan dengan porositas (Syauqiah, 2011). Adsorpsi juga dapat dilakukan material yang memiliki permukaan padatan yang kaya akan gugus fungsional seperti: -OH, -NH, dan -COOH (Stum dan morgan, 1996). Silika (SiO₂) mempunyai syarat tersebut karena memiliki gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) yang merupakan sisi aktif pada permukaannya. Di samping itu silika mempunyai pori-pori yang luas, berbagai ukuran partikel dan area permukaan yang khas (Nisa, 2014). Proses pembuatan silika sebenarnya dapat dibuat dengan bahan dasar dari senyawa alkoksida TEOS/TMOS dengan metode sol-gel. Namun karena harga TEOS/TMOS yang cukup mahal maka dicari alternatif selain menggunakan senyawa alkoksida yaitu dengan membuat prekursor sodium silikat / natrium silikat / waterglass yang dihasilkan dari bahan baku abu vulkanik yang didapatkan akibat erupsi Gunung Kelud di Jawa Timur (Sutopo, 2014) dengan maksud agar lebih ekonomis. Dari hasil XRF (X-Ray Fluorescence), diketahui bahwa kandungan abu Kelud terdiri dari unsur Silika (70,6%), Aluminium (9%), Besi (5,7%), Kalsium (5%), Kalium (0,7%), dan Sulfur (0,1%).

Tabel 1. Hasil XRF Abu Vulkanik G.Kelud

Nama Unsur	Sampel uji XRF
SiO ₂	70,6 %
Al ₂ O ₃	9 %
Fe ₂ O ₃	5,7%
Kalium	0,7%
CaO	5 %
Sulfur	0,1%

Abu vulkanik dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan silika karena memiliki kandungan silika yang besar. Silika murni dengan adanya gugus silanol dan siloksan telah dilaporkan dapat mengadsorpsi ion logam keras seperti Na⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, dan Fe²⁺ (Cestari, 2000).

Berdasarkan uraian tersebut maka dilakukan penelitian sintesis silika sebagai adsorben Ion Pb [II] dan mendeskripsikan pengaruh lama waktu adsorpsi silika gel berbahan dasar abu vulkanik terhadap daya dan efisiensi adsorpsi ion logam timbal serta mendeskripsikan porositas SiO₂ sebelum dan setelah digunakan untuk adsorpsi ion logam timbal.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Abu vulkanik, HCl 37% (Merck), NaOH 99% (Merck), Aquades, *Centrifuge*, Ion logam Pb[II] 1000 ppm / Pb(NO₃)₂ in HNO₃ 0,5 mol/l. Peralatan yang digunakan antara lain kertas whatman, gelas kimia (100, 200, 500) ml. *furnace*, tabung reaksi 50 ml, *centrifuge* alat uji AAS dan alat uji BET. Dalam penelitian ini, sintesis silika gel berbahan dasar abu vulkanik menggunakan metode hidrotermal - kopresipitasi. Abu vulkanik direndam dengan HCl 2M selama 24 jam untuk menghilangkan pengotor-pengotor, selanjutnya dicuci dan diambil endapannya. Selanjutnya ditambahkan NaOH 7M sebanyak 60 ml hingga terbentuk sodium silikat. Larutan sodium silikat ditambahkan HCl 2M hingga terbentuk endapan silika kemudian dikeringkan dalam *furnace* pada temperatur 100^o selama 24 jam. Serbuk silika diuji BET untuk mengetahui luas permukaan, ukuran pori, dan volume pori. Sebanyak 250 mg silika gel diinteraksikan dengan 20 ml ion logam Pb[II] 5 ppm di aduk menggunakan *magnetite stirer* dengan kecepatan 80 rpm selama 10, 20, 30, 40, 50, 60 menit. Kemudian diendapkan secara cepat dengan menggunakan *centrifuge* dengan kecepatan 2000 rpm selama 30 menit. Silika gel dan filtrat dipisahkan dengan kertas saring, filtrat yang diperoleh diuji konsentrasi ion Pb(II) tersisa dengan menggunakan AAS dan Endapan diuji BET.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisis Karakterisasi AAS

Analisis hasil karakterisasi AAS dengan variasi waktu adsorpsi silika terhadap ion Pb[II] ditunjukkan pada Tabel 2.

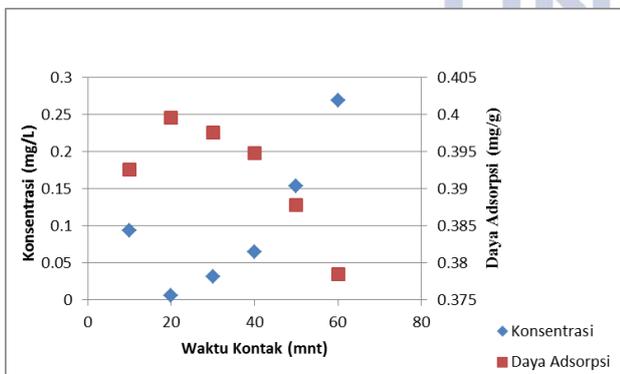
Tabel 2. Hasil karakterisasi proximate karbon

Sampel	Waktu Kontak (menit)	Volume Pb[II] (L)	Pb[II] awal (mg/L)	Pb[II] akhir (mg/L)	Pb[II] teradsorp (mg/L)
Silika AV	10	0.2	5	0.093	4.907
	20	0.2	5	0.006	4.994
	30	0.2	5	0.031	4.969
	40	0.2	5	0.065	4.935
	50	0.2	5	0.153	4.847
	60	0.2	5	0.269	4.731

Hasil karakterisasi ion Pb[II] yang teradsorpsi oleh silika (SiO₂) seperti yang tertera pada Tabel 1, dengan waktu kontak 10 menit banyaknya ion logam Pb[II] yang teradsorpsi sebanyak 4,907 mg/L, 20 menit teradsorpsi sebanyak 4,994 mg/L, 30 menit teradsorpsi sebanyak 4,969 mg/L, 40 menit teradsorpsi sebanyak 4.935 mg/L, 50 menit teradsorpsi sebanyak 4.847 mg/l, 60 menit teradsorpsi sebanyak 4.731 mg/L. Hasil tersebut menunjukkan penurunan ion Pb[II] yang teradsorpsi setelah waktu kontak 20 menit ini disebabkan karena telah melewati waktu kesetimbangan. Waktu kesetimbangan menentukan waktu kontak yang menghasilkan kapasitas adsorpsi maksimum. Waktu kesetimbangan sendiri dipengaruhi oleh tipe adsorben (jumlah dan jenis ruang pengikatan), ukuran dan fisiologi adsorben (aktif atau tidak aktif), ion yang terlibat dalam sistem biosorpsi, konsentrasi ion logam.

Tabel 3. Besarnya Daya Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi Silika Gel Terhadap Adsorpsi Ion Logam Pb [II].

No	Sampel	Daya Adsorpsi (mg/g)	Efisiensi Adsorpsi (%)
1.	SAV-10 mnt	0.39256	98.14
2.	SAV-20 mnt	0.39952	99.88
3.	SAV-30 mnt	0.39752	99.38
4.	SAV-40 mnt	0.3948	98.7
5.	SAV-50 mnt	0.38776	96.94
6.	SAV-60 mnt	0.37848	94.62



Gambar 1. Grafik waktu kontak terhadap konsentrasi dan daya adsorpsi

Waktu yang terbaik akan menentukan kapasitas adsorpsi maksimum silika dalam menyerap ion-ion Pb[II] dan konsentrasi yang tersisa semakin sedikit. Ini dibuktikan dengan plot grafik 1 pada saat 10 menit

konsentrasi ion Pb[II] yang tersisa dan daya adsorpsinya sebesar 0.093 mg/L, 0, 39256 mg/g dengan efisiensi sebesar 98 % hingga mencapai puncaknya pada saat kontak selama 20 menit konsentrasi ion Pb[II] yang tersisa, paling sedikit diantara yang lainnya dan memiliki daya adsorpsi terbesar 0.006 mg/L, 0.39952 mg/g dengan efisiensi sebesar 99.88 % . Pada waktu kontak 30, 40, 50, 60 (menit) konsentrasi ion logam Pb(II) yang tersisa justru cenderung naik karena kemampuan (daya) adsorpsi dari silika terhadap ion Pb[II] menurun yang artinya semakin sedikit ion-ion Pb yang teradsorpsi meskipun tidak terlalu signifikan berturut-turut sebesar 0.031 mg/L (0.39752 mg/g, 99,38 %), 0.065 mg/L (0.39752 mg/g, 99,38 %), 0.153 mg/L (0.39752 mg/g, 99,38 %), 0.269 mg/L (0.39752 mg/g, 99,38 %). Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar grafik 1.

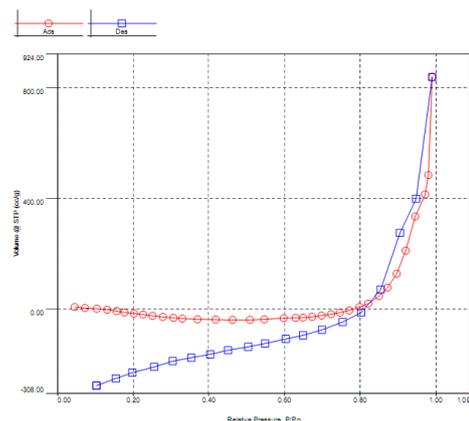
B. Analisis Karakterisasi BET

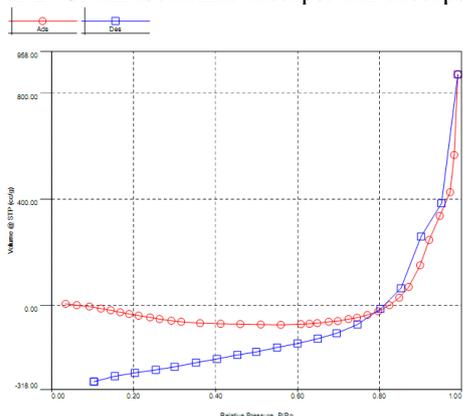
Analisis hasil karakterisasi BET pada sampel karbon aktif ditunjukkan pada Tabel 2 dan Gambar 1.

Tabel 4 Data BET SiO₂A dan SiO₂B

Nama Sampel	Luas Permukaan (m ² /g)	Volume Pori (cc/g)	Ukuran Pori (nm)
SiO ₂ A	106,68	1,29	24,3
SiO ₂ B	1174	1,34	2,29

Dari data BET yang sudah didapat maka dapat dijelaskan SiO₂ yang telah digunakan untuk proses adsorpsi dengan nama sampel (SiO₂B) mempengaruhi luas permukaannya dari 106,68 m²/g menjadi 1174 m²/g . Untuk volume pori dan diameter pori, SiO₂ yang telah digunakan untuk proses adsorpsi berubah nilai volume pori yaitu 1,29 cc/g menjadi 1,34 cc/g serta nilai ukuran partikel pori yaitu 243,2 Å atau 24,3 nm menjadi 22,9 Å atau 2,29 nm. Berdasarkan rujukan IUPAC ukuran partikel pori silika sebelum adsorpsi maupun setelah adsorpsi masih dikategorikan material mesopori 2-50 nm.



Gambar 2. Grafik isothermal adsorpsi dan desorpsi SiO₂AGambar 3. Grafik isothermal adsorpsi dan desorpsi SiO₂B

Untuk gambar 2 dan 3 meskipun sampel berbeda tetapi tetap menunjukkan hasil yang sama yaitu menunjukkan pada saat tekanan dinaikan silika mengalami adsorpsi hingga tercapai volume puncak sekitar 800-924 cc/g kemudian terus ditekan hingga mengalami desorpsi pada volume -308 cc/g. Hal ini menunjukkan bahwa tekanan tidak mempengaruhi sampel sebelum dan sesudah adsorpsi.

Menurut IUPAC didasarkan pada klasifikasi Brunauer dua grafik adsorpsi/desorpsi silika diatas termasuk dalam grafik tipe IV, yang menunjukkan bahwa material berpori yang dikenai gas nitrogen termasuk dalam kategori mesopori yang memiliki bentuk pori silinder (Adam, 1997). Hal ini diperkuat dengan bentuk Hysteresis loop yang termasuk dalam tipe H1 dengan dominan struktur porinya adalah berbentuk silinder (Nisa, 2014).

Bentuk pori sangat berpengaruh terhadap daya dan efisiensi adsorpsi dari adsorben karena setiap bentuk yang berbeda memiliki luas permukaan yang berbeda. Bentuk pori silinder, bola, tabung memiliki luas permukaan yang berbeda karena daya adsorpsi dari masing-masing bentuk pori bergantung pada besar-kecil luas permukaanya.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Daya dan efisiensi adsorpsi silika gel hasil sintesis terhadap ion logam Pb[II] yang paling baik terjadi pada waktu kontak selama 20 menit. Daya adsorpsi yang dimiliki sebesar 0.39952 mg/g dengan efisiensi adsorpsi sebesar 99,88 %.
2. Porositas silika yang meliputi luas permukaan yang sebelum digunakan untuk adsorpsi sebesar 106,68 m²/g setelah adsorpsi menjadi 1174 m²/g.. Untuk volume pori dan ukuran partikel pori SiO₂ sebelum digunakan sebesar 1,29 cc/g, 24,3 nm setelah digunakan untuk adsorpsi menjadi 1,34 cc/g , 2,29 nm

Saran

Pada penelitian selanjutnya untuk menghasilkan hasil yang lebih optimal maka disarankan untuk :

1. Setelah pencampuran silika dengan Pb[II] harus segera di *centrifuge* dan disaring agar variabel manipulasi waktunya tidak kacau.
2. Gunakan penutup setiap melakukan tahap kalsinasi agar bahan atau sampel tidak terkontaminasi oleh bahan sekitar.
3. Pada proses pencucian SiO₂ diharapkan sampai bersih agar kandungan NaCl dalam larutan dapat hilang secara merata.

DAFTAR PUSTAKA

- Ayu, Mustakining, Wardhani, Darjito. 2013. *Studi Pengaruh Konsentrasi NaOH dan pH Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa*. Kimia.Student Journal, Vol. 2, no.2, pp.517-523 - Universitas Brawijaya Malang.
- Callister, Jr, William D. 2007. *Materials Science and Engineering An Introduction Seven Edition*, John Wiley and Sons, Inc, United States of America.
- Cestari, A. R. 2000. *Thermochemical Investigation on The Adsorption of Some Divalent Cation of Modified Silicas Obtained from Sol-Gel Process*, Thermochemical Acta, 348 : 25-31.
- Darmono. 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemaran Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa logam*, Jakarta: UI-Press.
- He, Jing, Song, hong, Liang, zhang, Fuxing, Gan, and Yuh-Shan, Ho. 2010. *Equilibrium and Thermodynamic Parameters of Adsorption of Methylene Blue onto Rectorite*. by PSP Volume 19 – No 11a. 2010: Fresenius Environmental Bulletin.
- Hui, K.S., Chao, C.Y.H., and Kot, S.C., (2005), *Removal of Mixed Heavy Metal Ions in Wastewater by Zeolite 4A and Residual Products from Recycled Coal Fly Ash*, Journal of Hazardous Materials, B127, pp. 89-101
- Januar, Akhmad. 2013. *Pengaruh pH Akhir Larutan pada Sintesis Nanosilika dari Bahan Lusi dengan Metode Kopresipitasi*. Jurnal Inovasi Fisika Indonesia Vol. 02 No. 03.
- Kristianingrum, Susila, E. Dwi Siswani, dan A.Fillaeli. 2014. *Pengaruh Jenis Asam pada Sintesis Silika Gel dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya terhadap Ion Logam Tembaga (II)*. Prosiding Nasional Kimia.

- Meirawati, Dian, S.Wardhani, R.T.Tjahjanto.2013.*Studi Pengaruh Konsentrasi Hcl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa Bangka*. Kimia.Student Journal, Vol. 2, no. 2, pp. 524-532: Universitas Brawijaya Malang.
- Munasir, Surahmat. H, Triwikantoro, M. Zainuri, Darminto. 2013. *Pengaruh Molaritas NaoH pada Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bancar Tuban*, Vol. 3, No. 2, *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*.
- Nisa, Zumrotin, Munasir. 2015 . *Studi Morfologi Silika Hasil kalsinasi dengan metode sintesis hidrotermal-kopresipitasi*. Inovasi Fisika Indonesia : Universitas Negeri Surabaya.
- Nurhasani. 2002. *Penggunaan Genjer(Limnocharis flava) untuk Menyerap Ion Kadmium, Kromium dan Tembaga Dalam Air Limbah*, Tesis, Padang: Universitas Andalas.
- Pratomo, Ilham, dkk. 2013. *Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi Hcl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi Untuk Sintesis Silika Xerogel*. Kimia. Student Journal, Vol. 2, no. 1, pp. 358-364: Universitas Brawijaya Malang
- Rouquerol F., Rouquero J, Sing K. 1999. *Adsorption by powders and porous solids*. Academic Press, San Diego. ISBN: 0-12-598920-2, 467 S.
- Stum, W, dan Morgan, J.J. 1981. *Aquatic Chemistry, Third Edition*, Jhon Wiley, Inc: New York.
- Sudarmadji, Mukono, dan Corie I.P. 2006. *Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan,Kesehatan Lingkungan FKM: Universitas Airlangga*.
- Sulistiyani, Erlinda, Esmar Budi, Fauzi Bakri. 2013. *Pengaruh Temperatur terhadap Adsorpsi Karbon Aktif Berbentuk Pelet Untuk Aplikasi Filter Air*. Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam: Universitas Negeri Jakarta.
- Sutopo, Marsis .2014. <http://kebudayaan.kemdikbud.go.id/bkborobudur/erupsi-gunung-kelud-candiborobudur-ditutup.html> diunduh pada tanggal 15 Februari 2015.
- Syauqiah, Isna, dkk. 2011. *Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengaduk Pada Proses Adsorpsi Limbah Logam Berat Dengan Arang Aktif*. Info Teknik, Volume 12 No. 1, Juli 2011.
- Ummah, Latiful Ida .2013. *Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya terhadap Absorpsi Kelembaban Udara*. Jurnal Inovasi Fisika Indonesia Vol.02 No. 03 Tahun 2013 23 – 26.
- Uzma, Miss, Khwaja, Parveen, Bangi, Husain. 2010 . *Preparation and Character- ization of Hydrophobic Aerogels Using Inorganic Precursor by Ambient Pressure Drying*. Department of Physics Shivaji University, Kolhapur- 416 004 Maharashtra (India)
- UNESA. 2000. *Pedoman Penulisan Artikel Jurnal*, Surabaya: Lembaga Penelitian Universitas Negeri Surabaya.