

PENGARUH pH AKHIR LARUTAN PADA SINTESIS NANOSILIKA DARI BAHAN LUSI DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Akhmad Januar H. P.

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: januar4pribadi@gmail.com

Ahmad Arifudin Z., Munasir

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: coolriev@gmail.com, munasirmisc@yahoo.com

Abstrak

Semburan Lumpur Sidoarjo (Lusi) merupakan bencana ekologis yang terjadi pada tahun 2006, namun sampai saat ini belum bisa dihentikan. Semburan lumpur ini menyebabkan terendamnya rumah, sawah, dan terganggunya arus transportasi Surabaya-Banyuwangi. Pada penelitian ini Lusi (Lumpur Sidoarjo) direaksikan dengan larutan NaOH 7M untuk mendapatkan larutan Sodium Silikat (Na_2SiO_3). Larutan HCl 2M ditambahkan pada larutan sodium silikat hingga pH akhir larutan (pH 7, pH 4, dan pH 1) untuk mendapatkan silika gel dan selanjutnya dikeringkan ($\sim 80^\circ\text{C}$, 10 jam) hingga diperoleh serbuk SiO_2 . Tahapan proses dari sodium silikat hingga diperoleh silika gel di gunakan metode kopresipitasi. Dalam penelitian ini diperoleh silika dengan kemurnian 98,5 wt% melalui uji XRF (*X-Ray Fluorocent*) dan ukuran diameter antara 4,119 nm – 26,824 nm melalui uji SEM (*scanning electron microscopy*) dan analisis *software image-J*. Sampel juga di analisis dengan uji XRD dan FTIR.

Kata Kunci: nanosilika (SiO_2), Lusi, sodium silikat dan metode kopresipitasi.

Abstract

Sidoarjo mudflow (Lusi) is ecological disaster that is happened on 2006, but it can not be stopped until now. The mud blast causes submerged of houses, fields, and disturbing of Banyuwangi-Surabaya transportation way. In this research, Lusi (Sidoarjo Mudflow) is reacted with NaOH 7M solution to get Sodium Silicate solution (Na_2SiO_3). HCl 2M solution is added on Sodium Silicate in order to the last pH of solution is (pH 7, pH 4, and pH 1) to get silica gel and it is dried then ($\sim 800\text{ C}$, 10 hours) till gotten SiO_2 powder. The steps of process from sodium silicate until gotten silica gel is used coprecipitation. In this research, it is gotten silica with purity 98,5 wt% through XRF (X-Ray Fluorocent) test and the diameter size between 4,119 nm – 26,824 nm through SEM (scanning electron microscopy) test and software image-J analysis. The sample is also tested with XRD and FTIR test.

Keywords : Nanosilica (SiO_2), Lusi, Sodium Silicate and coprecipitation method.

PENDAHULUAN

Tragedi semburan Lumpur Sidoarjo (Lusi) merupakan suatu bencana ekologis nasional yang terjadi di Desa Siring, Kecamatan Porong, Kabupaten Sidoarjo, Propinsi Jawa Timur pada tanggal 28 Mei 2006. Semburan lumpur panas bercampur gas beracun ini menyembur di dekat sumur pengeboran Banjar Panji-1 milik PT Lapindo Brantas Inc (Herawati, 2007)

Lumpur Sidoarjo yang masih menyembur sampai akhir tahun 2012 ini telah menjadi musibah nasional yang belum berhasil ditangani oleh pemerintah. Namun para peneliti telah banyak melakukan penelitian untuk membuat material baru yang bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomis tinggi dari Lumpur Sidoarjo untuk mengurangi dampak semburan Lumpur Sidoarjo.

Pada penelitian terdahulu yang berjudul “*Sintesis Gel Orde Nano dari Lumpur Sidoarjo (Lusi) dan Prospek Aplikasinya*” (Munasir dkk, 2010). Penelitian ini dilakukan karena lumpur Sidoarjo ternyata memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu 55%, sehingga

mempunyai prospek untuk disintesis guna mendapatkan silika orde nano yang mempunyai kemurnian tinggi dengan metode kopresipitasi. Penelitian ini berhasil membuat silika gel orde nano kemurnian mencapai 88,4-95,7 wt%, yang mempunyai prospek untuk diaplikasikan sebagai bahan baku semen, kosmetik, sel surya, silika gel, fiber optik, gelas, dan perangkat elektronik.

Pada penelitian terdahulu (Munasir dkk, 2010) menggunakan metode kopresipitasi dengan molaritas NaOH (5 M, 6 M, dan 7 M) dan hanya dititrasasi dengan larutan HCl sampai pH 7. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH akhir larutan pada sintesis nanosilika dari lumpur Sidoarjo dengan metode kopresipitasi

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Lumpur Sidoarjo, HCl 37% (Merck), NaOH 99% (Merck), dan Aquades. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, gelas beker (100 mL dan

Tabel 1. Hasil uji XRF

Jenis Sampel	Senyawa oksida penyusun (wt%)				Unsur penyusun (wt%)			
	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	Lainnya	Si	Ca	Fe	Lainnya
Silika komersial	99.20	0.43	0.13	0.24	98.00	1.10	0.33	0.57
pH 7	96.90	0.55	1.12	1.43	92.30	1.30	2.73	3.67
pH 4	97.60	0.47	1.28	0.65	94.30	1.10	3.14	1.46
pH 1	98.50	0.41	0.67	0.42	96.40	1.00	1.67	0.93

250 mL), mortal, cawan keramik, pengaduk magnet (*stirring magnetic*), pipet, spatula kaca dan besi, tabung ukur, kertas saring, timbangan digital, saringan, dan lampu 100 watt

Alat Karakterisasi

Sampel nanosilika hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR spektrometer (Perkin Elmer), analisis difraksi sinar-X (Philips PW 1710), untuk mengetahui morfologi material menggunakan *scanning electron microscope* (FEI Inspect S25), dan untuk menganalisis kandungan unsur menggunakan teknik *X-Ray Fluorocent* (PANalytical Minipal 4).

Metode Sintesis Nanosilika

Langkah-langkah yang dilakukan dalam sintesis nanosilika adalah lumpur yang telah dikeringkan digerus hingga 250 mesh, setelah itu direndam dengan larutan HCl 2M 24 jam untuk menghilangkan pengotor-pengotor, kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan, setelah itu digerus kembali hingga 250 mesh.

Lusi 10 gr dilarutkan dalam larutan NaOH (7 M) 60 ml sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan temperatur 70⁰ C selama 1 jam, kemudian ditambah aquades 250 ml dan disaring dengan kertas saring. Larutan hasil saringan kemudian ditambahkan HCl 2 M sambil diputar dengan *magnetic stirrer* sampai (pH7, pH4, dan pH1), setelah terbentuk endapan berwarna putih, dibiarkan selama 24 jam. Kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kadar asam, basa dan garam pada sampel tersebut, setelah itu disaring dan silika gel dikeringkan dengan lampu 100 W (80⁰ C) selama 24 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

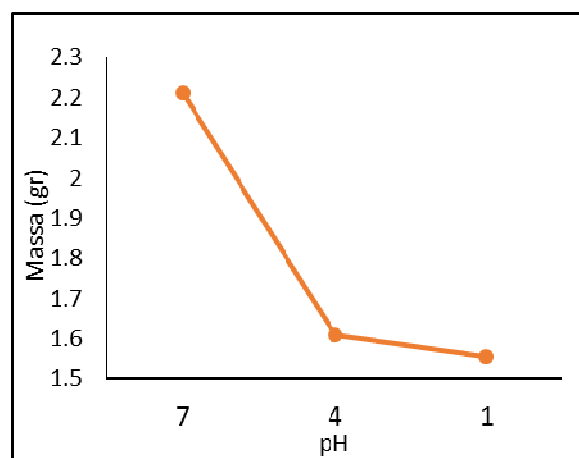
Hasil Uji XRF

Tabel 1 merupakan hasil pengujian XRF baik senyawa maupun unsur penyusun dari semua sampel silika.. Berdasarkan hasil XRF (*X-Ray fluorescence*), tampak bahwa kemurnian sampel silika berdasarkan senyawa penyusunnya sebesar 96,9 wt%, 97,6 wt%, dan 98,5 wt% berturut-turut untuk sampel silika pH 7, pH 4, dan pH 1. Selain senyawa SiO₂, CaO, dan Fe₂O₃, senyawa penyusun sampel lainnya yaitu: senyawa TiO₂,

Cr₂O₃, NiO, CuO, K₂O, V₂O₅, ZnO, Ga₂O₅, Yb₂O₃, dan Re₂O₇. Sedangkan kemurnian berdasarkan unsur penyusunnya sebesar 92,3 wt%, 94,3 wt%, dan 96,4 wt% berturut-turut untuk sampel silika pH 7, pH 4, dan pH 1. Unsur penyusun sampel hasil sintesis selain unsur Si, Ca, dan Fe, yaitu : unsur K, Ti, V, Cr, Ni, Cu, Zn, Ga, Yb, dan Re. Kemurnian silika hasil sintesis pada penelitian lebih tinggi dibandingkan hasil penelitian sebelumnya (Munasir dkk, 2010) yaitu sebesar 88,4-95,7 wt%.

Kuantitas Nanosilika Hasil Sintesis

Gambar 1 merupakan grafik massa silika hasil sintesis yang diperoleh yaitu 2,213 gram, 1,6094 gram dan 1,5539 gram berturut-turut untuk masing-masing pH titrasi (pH 7, pH 4, dan pH1). Hasil ini lebih besar dari massa silika yang diperoleh pada penelitian sebelumnya (Munasir dkk, 2010) yaitu sebesar 0,12 gram, 0,19 gram dan 0,553 gram

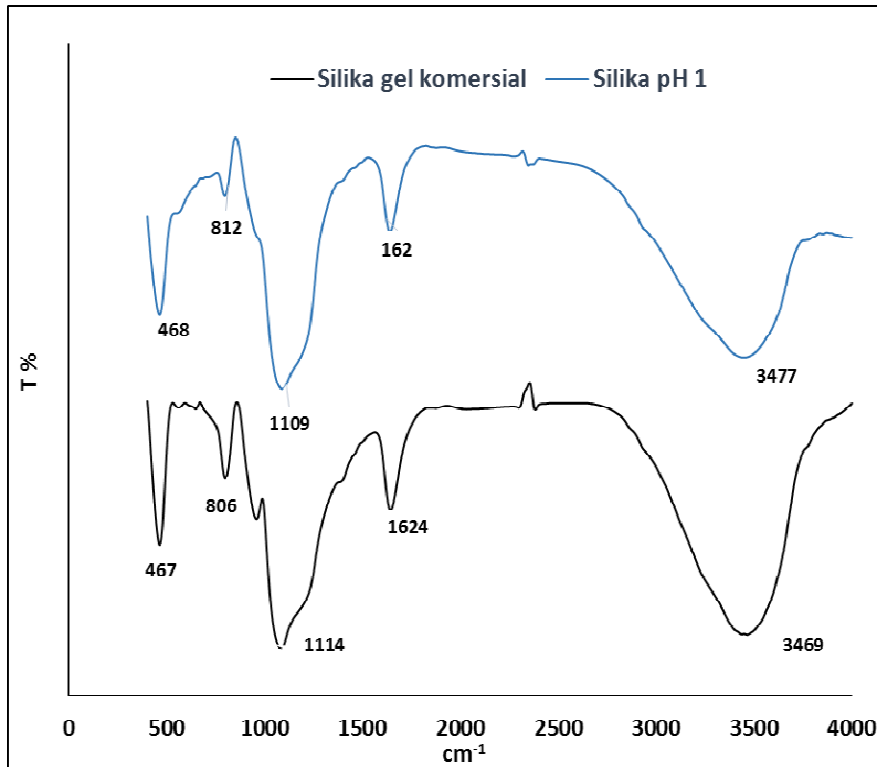


Gambar 1. Grafik produksi serbuk silika hasil sintesis dari Lumpur Sidoarjo terhadap variasi pH titrasi

Berkurangnya massa nanosilika seiring dengan menurunnya pH akhir larutan, hal ini diakibatkan karena penurunan pH akhir larutan dilakukan dengan menambah larutan HCl ke dalam larutan, penambahan HCl ini akan mengikat pengotor-pengotor yang masih ada dalam larutan sodium silikat.

Hasil Uji FTIR

Pengujian FTIR ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari suatu bahan. Gambar 2. merupakan grafik hasil pengujian FTIR yang menunjukkan bahwa puncak-puncak yang muncul pada sampel silika hasil sintesis

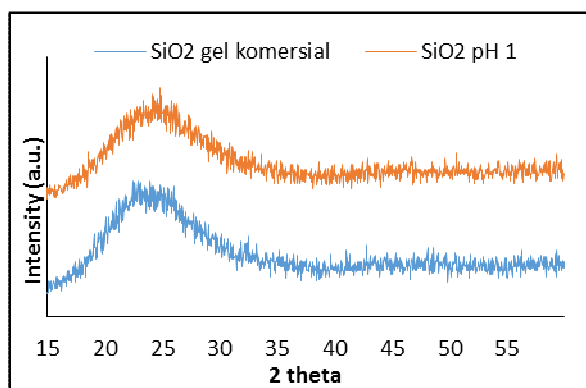


Gambar 2. Grafik hasil pengujian FTIR

mempunyai kemiripan dengan puncak-puncak yang muncul pada sampel silika gel komersial. Hal ini, menunjukkan bahwa penelitian ini telah berhasil mensintesis silika dari bahan Lusi. Pada grafik silika pH 1, bilangan gelombang 468 cm^{-1} , 812 cm^{-1} , 1109 cm^{-1} , dan 3477 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi Si-O, gugus fungsi OH dari SiO, gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) dan gugus fungsi O-H (P.K. Jal dkk, 2004). Selain itu, gugus fungsi O-H (molekul air) juga teridentifikasi pada bilangan gelombang dan 1639 cm^{-1} (Sriyanti, 2005).

Hasil Uji XRD

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi silika hasil sintesis dari Lumpur Sidoarjo pH 1 dan silika komersial. Pola difraksi dari kedua sampel yang terbentuk intensitas tertingginya hanya 202 counts , dengan puncak melebar pada sudut $2\theta=24^\circ$, kemudian menurun dan mendatar pada sudut $2\theta=36^\circ$. Dari hasil pengujian XRD diperoleh informasi bahwa silika hasil sintesis dari Lumpur Sidoarjo ini mempunyai fase amorf, karena tidak adanya puncak difraksi yang tinggi.



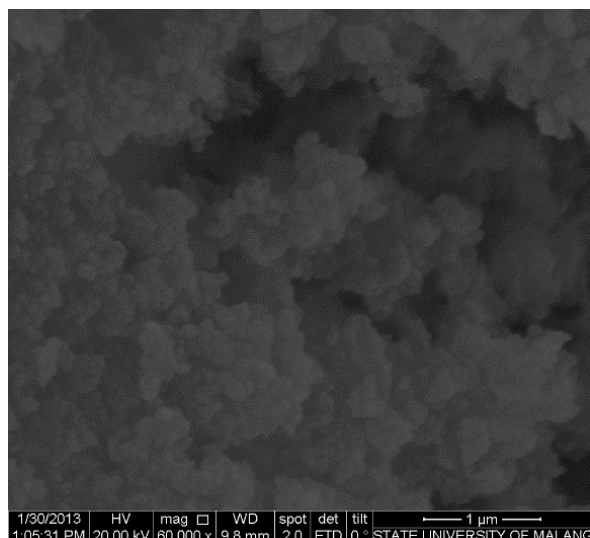
Gambar 3. Pola difraksi sinar-x silika hasil sintesis

Hasil SEM dan Analisis Software Image-J

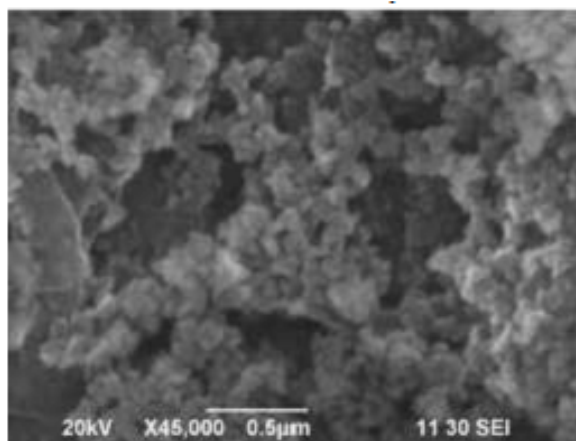
Gambar 4. merupakan bentuk morfologi dari silika pH 1 dengan perbesaran 60.000 x sedangkan gambar 5. merupakan bentuk morfologi dari silika komersial dengan perbesaran 45.000 x . Dari hasil pengamatan SEM dapat dilihat bahwa bentuk morfologi kedua sampel mempunyai kemiripan, berupa kumpulan bulatan-bulatan yang membentuk partikel besar (beraglomerisasi).

Gambar 4. selanjutnya dianalisis dengan software Image-J untuk mengetahui ukuran partikel dari silika pH 1. Image-J merupakan software gratis yang bisa digunakan sebagai alternatif untuk mengetahui diameter sampel dengan mengolah hasil SEM, keakuratan software Image-J ini mencapai 80% (Candra dkk, 2011). Berdasarkan analisis software Image-J ukuran partikel

silika pH 1 sudah berukuran nano, yaitu sebesar 4,119 nm – 26,824 nm.



Gambar 4. Morfologi SEM silika pH 1



Gambar 5. Morfologi SEM silika komersial (Indhumathi dkk, 2011)

PENUTUP

Simpulan

Dari serangkaian eksperimen untuk mengetahui pengaruh pH akhir larutan pada sintesis nanosilika dari Lumpur Sidoarjo (Lusi) dengan metode kopresipitasi yang telah dilakukan dalam penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Penurunan pH akhir larutan menyebabkan kenaikan kemurnian nanosilika yang dihasilkan yaitu sebesar 96,9 wt% (pH 7), 97,6 wt% (pH 4), dan 98,5 wt% (pH 1).
- Penurunan pH akhir larutan menyebabkan menurunnya massa nanosilika yang dihasilkan yaitu 2,213 gram (pH 7), 1,6094 gram (pH 4), dan 1,5539 gram (pH 1)

- Berdasarkan hasil SEM yang dianalisis dengan software Image-J, ukuran diameter silika pH sudah berukuran nano yaitu sebesar 4,119 nm–26,824 nm
- Hasil uji FTIR menunjukkan pola gugus fungsi yang sesuai dengan karakteristik pola gugus fungsi nanosilika komersial.
- Hasil uji XRD silika yang disintesis dari Lumpur Sidoarjo dengan metode kopresipitasi, menunjukkan bahwa fase yang terbentuk merupakan fase amorf.

Saran

Terkait dengan sintesis nanosilika dari Lumpur Sidoarjo (Lusi) dengan metode kopresipitasi, ada beberapa hal yang dapat disarankan oleh peneliti:

- Perendaman Lumpur Sidoarjo (Lusi) dengan larutan HCl perlu dilakukan dengan waktu yang lebih lama, untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang masih ada di dalam lumpur.
- Pada proses penyaringan larutan sodium silikat, endapan yang tidak lolos saring perlu dilakukan perlakuan lagi, karena masih banyak silika yang masih ada di endapan tersebut.
- Pencucian silika gel yang terbentuk, harus dilakukan lebih banyak lagi untuk mendapatkan silika yang lebih putih dan kemurnian yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Candra K., Thomas B. W., dan Perdamean S. 2011. *Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Free Software Image-J*. Seminar Nasional Fisika Pusat Penelitian Fisika-LIPI 2011. ISSN:2088-4.
- Herawati, Niniek. 2007, *Analisis Risiko Lingkungan Aliran Air Lumpur Lapindo ke Badan Air*. Semarang. Universitas Diponegoro.
- Indhumathi. P., Shabhudeen, S., Saraswathy C. P. 2011. *Synthesis and characterization of nano silica from the pods of delonix regia ash*. International Journal of Advanced Engineering Technology 2011. E-ISSN 0976-3945.
- Munasir, dkk. 2010. *Sintesis Gel Orde Nano dari Lumpur Sidoarjo (Lusi) dan Prospek Aplikasinya*. Universitas Negeri Surabaya.
- P.K. Jal, M. Sudarshan, A. Saha, Sabita P., dan B.K. Mishra. *Synthesis and Caraterization of Nanosilica Prepared by Precipitation Method*. Colloids and Surfaces A : Physicochem. Eng. Aspects 240 (2004) 173-178.
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono, & Narsito. (2005). *Pengaruh Keasaman Medium dan Imobilisasi Gugus Organik pada Karakter Silika Gel dari Abu Sekam Padi*. JSKA.Vol.VIII.No.3.