

MODIFIKASI ABU KELUD 2014 SEBAGAI BAHAN ADSORBEN ION LOGAM TEMBAGA(II) DAN NIKEL(II) DENGAN ASAM FORMAT

MODIFICATION KELUD ASH 2014 AS MATTER ADSORBENT METAL IONS COPPER(II) AND NICKEL(II) USING FORMIC ACID

Karyanto, Susila Kristianingrum

Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Email: susila.k@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi maksimum asam format yang menghasilkan adsorben, mengetahui keasaman, kadar air, mengetahui daya dan efisiensi adsorpsi optimum adsorben terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) serta karakter gugus fungsi dan karakter struktur kristal adsorben hasil sintesis.

Sintesis adsorben dilakukan dengan melarutkan 6 gram abu vulkanik dalam 200 mL natrium hidroksida 3M disertai pengadukan dan pemanasan 100 °C selama 1 jam. Filtrat natrium silikat ditambah asam format hingga netral. Variasi asam format yang digunakan adalah 1, 3 dan 5M. Campuran didiamkan selama 24 jam kemudian disaring dan dicuci dengan akuademineralisata hingga netral. Lalu dikeringkan dan digerus. Kemudian adsorben digunakan untuk adsorpsi ion logam Cu(II) dan Ni(II). Adsorben dengan efisiensi adsorpsi optimum dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD dan dibandingkan dengan kiesel gel 60G Merck sebagai pembanding.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi asam format yang maksimum untuk sintesis adalah 5 M dengan efisiensi produksi 9,7%. Nilai keasaman Kiesel gel 60G, AK-HCOOH 1M (adsorben Kelud dengan konsentrasi asam format 1M), AK-HCOOH 3M dan AK-HCOOH 5M berturut-turut 3,8540; 3,9729; 3,6557 dan 3,6557 mmol/g dan kadar air 5; 15; 21 dan 18%. Adsorben Kelud dengan konsentrasi asam format 3M mempunyai daya dan efisiensi adsorpsi optimum. Nilai daya adsorpsi terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) berturut-turut 1,09390 dan 0,84352 mg/g dengan efisiensi adsorpsi berturut-turut 98,0608 dan 95,7879%. Adsorben mempunyai karakter gugus fungsi dan karakter kristal yang hampir sama dengan silika gel Kiesel 60G E-Merck.

Kata Kunci: Adsorpsi, Abu Kelud 2014, Adsorben, Tembaga(II), Nikel(II)

ABSTRACT

The aims of this research are to find out the maximum concentration of formic acid that used to synthesizing adsorbent; find out acidity, the water content, the characteristics of functional groups and the characteristics of crystal structure of the

synthesized adsorbent; and determine the optimum adsorption power and efficiency of adsorbent on metal ions copper(II) and nickel(II).

Adsorbent synthesis is done by dissolving 6 grams of volcanic ash in 200 mL of 3M sodium hydroxide with stirring and heating of 100 °C for 1 hour. The filtrate sodium silicate added formic acid to neutral. Variations of formic acid used is 1, 3 and 5 M. The mixture was allowed to stand for 24 hours then filtered and washed with aquademineralisata to neutral. Then dried and crushed. The adsorbent used for adsorption metal ions Cu(II) dan Ni(II). The adsorbent with the maximum adsorption power and efficiency characterized by FTIR and XRD and compared by kiesel gel 60G.

The result showed that the maximum concentration of formic acid to synthesize the adsorbent was 5M with production efficiency of 9.7%. The acidity level of Kiesel gel 60G, AK-HCOOH 1M (adsorbent Kelud with concentration formic acid 1M), AK-HCOOH 3M and AK-HCOOH 5M are 3.8540; 3.9729; 3.6557 and 3.6557 mmol/g respectively and the water content are 5; 15; 21 and 18% respectively. The adsorbent Kelud with concentration formic acid 3M has the optimum adsorption power and efficiency. The adsorption power of the metal ion Cu(II) and Ni(II) are 1.09390 and 0.84352mg/g respectively with the adsorption efficiency 98.0608 and 95.7879% respectively. The adsorbent has similar characteristics of functional groups and the characteristics of crystal structure with silica gel Kiesel 60G E-Merck.

Key Word: Adsorption, Kelud Ash 2014, Adsorbent, Copper(II), Nickel(II)

PENDAHULUAN

Letusan gunung Kelud 2014 silam menyebabkan terjadinya hujan abu vulkanik sampai wilayah Yogyakarta. Kandungan SiO₂ yang terdapat pada abu vulkanik Yogyakarta sebesar 52,31%^[1]. Besarnya kandungan SiO₂ dalam abu vulkanik Kelud 2014 dapat dijadikan sebagai salah satu bahan baku untuk pembuatan adsorbent yaitu berupa silika gel. Kegunaan silika gel didasarkan pada keberadaan situs aktif berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) di permukaan dan sifat fisiknya seperti kestabilan

mekanik dan luas permukaan. Gugus silanol inilah yang memberikan sifat polar pada adsorbent dan merupakan sisi aktif dari adsorbent. Permukaan yang kompleks dari adsorbent yakni terdiri atas lebih dari satu macam tipe gugus hidroksil (-OH) yang terikat pada permukaan adsorbent^[2]. Silika gel digunakan untuk menyerap ion-ion logam dengan prinsip pertukaran ion^[3].

Perkembangan industri yang begitu pesat memberikan dampak positif maupun dampak negatif. Salah satu dampak negatif adanya industri

adalah meningkatnya jumlah polutan hasil samping dari proses industri. Polutan yang sering menjadi pusat perhatian adalah ion-ion logam berat antara lain ion logam tembaga(II) dan nikel(II), hal ini disebabkan karena sifatnya yang toksik dan dapat berakibat negatif bagi kelangsungan hidup makhluk hidup.

Hasil penelitian Handini dan Susila Kristianingrum^[4] menjelaskan bahwa abu letusan gunung Kelud 2014 dapat disintesis dengan menggunakan metode sol-gel yang meliputi proses hidrolisis, kondensasi, pematangan dan pengeringan.

METODE PENELITIAN

Proses awal yaitu preparasi abu vulkanik Kelud 2014 dengan proses pengabuan pada temperatur 700°C, selanjutnya dicuci dengan larutan HCL. Sebanyak 6 gram abu vulkanik hasil preparasi dalam 200 mL natrium hidroksida 3M disertai pengadukan dan pemanasan 100 °C selama 1 jam. Filtrat natrium silikat ditambah asam format hingga netral. Variasi asam format yang digunakan adalah 1, 3 dan 5M.

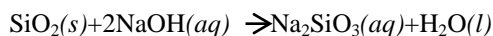
Campuran didiamkan selama 24 jam kemudian disaring dan dicuci dengan akuademineralisata hingga netral. Lalu dikeringkan dan digerus. Sebanyak 0,1 gram adsorben yang dihasilkan selanjutnya dimasukkan ke dalam larutan ion logam tembaga(II) dan nikel(II) 10 ppm, kemudian dikocok menggunakan *shacker* selama 90 menit, disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan dengan endapan. Larutan sisa dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom untuk mengetahui kadar ion logam tembaga(II) dan nikel(II) yang tidak teradsorpsi ke dalam adsorben. Adsorben dengan efisiensi adsorpsi optimum dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD dan dibandingkan dengan kiesel gel 60G Merck sebagai pembanding.

HASIL DAN DISKUSI

Preparasi abu vulkanik pada suhu 700°C bertujuan untuk menghilangkan semua material organik dalam abu vulkanik. Karbon akan terdekomposisi dan teroksidasi sempurna menjadi gas CO₂ dan H₂O. Pengabuan pada suhu 700°C bertujuan untuk menghasilkan

abu bertekstur amorf^[5]. Pencucian menggunakan larutan HCl 0,1M bertujuan untuk mengurangi kandungan oksida dan karbon yang ada di dalam abu vulkanik.

Proses sintesis adsorben dimulai dengan pembuatan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3). Proses peleburan pada tahap ini mempunyai tujuan untuk melarutkan senyawa silika (SiO_2) yang umumnya hanya dapat larut dalam kondisi basa disertai dengan pemanasan. Reaksi yang terjadi sesuai dengan persamaan sebagai berikut:



Pada proses sintesis adsorben mengakibatkan terjadinya reaksi kondensasi yang menyebabkan konsentrasi proton (H^+) dalam larutan natrium silikat dan sebagian gugus siloksi (Si-O) akan membentuk gugus silanol (Si-OH). Pada penambahan asam berlebih gugus silikat akan terprotonasi sempurna membentuk asam silikat. Asam silikat yang terbentuk terpolimerisasi dengan membentuk poli asam silikat. Polimerisasi akan terus berlangsung membentuk bola-bola polimer, gugus silanol (Si-OH) pada permukaan bola-

bola polimer yang berdekatan akan mengalami kondensasi disertai pelepasan air sampai terbentuk gel. Gel yang terbentuk disebut alkogel yang lunak dan tidak kaku.

Alkogel yang terbentuk selanjutnya didiamkan selama 24 jam yang mengakibatkan penyusutan volume alkogel. Pada tahap ini menghasilkan gel yang hampir kaku dan kokoh yang disebut hidrogel. Hidrogel yang terbentuk dikeringkan dengan oven pada suhu 120°C selama 2 jam. Pengeringan dilakukan untuk mengurangi kandungan air dalam hidrogel.

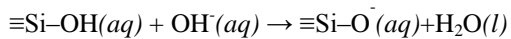
Nilai efisiensi produksi sintesis adsorben dengan asam format 1, 3 dan 5M berturut-turut adalah 7,05; 7,65 dan 9,70%. Efisiensi produksi dengan asam format 5M menghasilkan lebih banyak adsorben dibandingkan dengan konsentrasi 1 dan 3M. Hal ini dapat disebabkan oleh semakin tinggi konsentrasi asam maka semakin besar ion H^+ dari asam yang menyebabkan asam silikat yang terbentuk juga semakin banyak. Hasil karakterisasi nilai keasaman, kadar air serta rumus

kimia dari silika gel dapat dilihat pada Tabel 1.

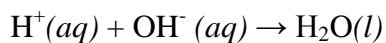
Tabel 1. Nilai Keasaman, Kadar Air dan Rumus Kimia Silika Gel

Jenis Adsorben	Keasaman (mmol/gr)	Kadar Air (%)	Rumus Kimia $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
SG 60G E-Merck	3.8540	5	$\text{SiO}_2 \cdot 0,1941\text{H}_2\text{O}$
AK-HCOOH 1M	3.9729	17	$\text{SiO}_2 \cdot 0,6830\text{H}_2\text{O}$
AK-HCOOH 3M	3.6557	21	$\text{SiO}_2 \cdot 0,8865\text{H}_2\text{O}$
AK-HCOOH 5M	3.6557	18	$\text{SiO}_2 \cdot 0,7320\text{H}_2\text{O}$

Pada tahap pengujian keasaman, silika gel direndam dengan larutan NaOH 0,1M selama 24 jam yang bertujuan untuk mengetahui kemampuan adsorben dalam mendonorkan proton. Reaksi saat perendaman dimungkinkan sebagai berikut:



Selanjutnya campuran didekantir. Larutan NaOH sisa kemudian dititrasi dengan larutan HCl 0,1 M. Pada tahap ini terjadi reaksi penetralan H^+ dari larutan HCl yang terbentuk oleh ion OH^- yang berasal dari larutan NaOH sisa perendaman dengan reaksi sebagai berikut :



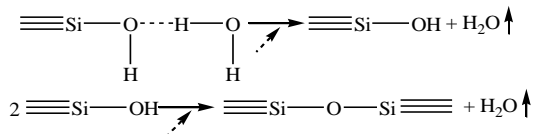
Keasaman silika gel hasil sintesis dengan silika Kiesel 60G dapat dilihat pada Tabel 1. Ketiga jenis adsorben hasil sintesis memiliki nilai keasaman yang hampir sama dengan silika pembanding Kiesel 60G. Semakin tinggi konsentrasi

yang ditambahkan, maka semakin banyak jumlah proton yang berada dalam larutan dan meningkatkan jumlah gugus silanol. Semakin banyak gugus silanol ($\text{Si}-\text{OH}$) yang terdapat pada silika, maka kemampuan untuk mengikat molekul air yang terjadi melalui ikatan hidrogen juga akan semakin banyak ^[6]. Hasil yang didapatkan kurang sesuai, hal ini dimungkinkan asam format merupakan jenis asam lemah sehingga perbedaan konsentrasi yang kecil menyebabkan perubahan yang kurang signifikan.

Penentuan kadar air silika gel bertujuan untuk mengetahui jumlah air yang dilepaskan oleh silika gel selama pemijaran pada suhu 600°C per gram silika gel selama 2 jam.

Silika hasil sintesis dikeringkan terlebih dahulu dengan oven pada suhu 100°C selama 4 jam dan didinginkan kemudian ditimbang. Pada pemanasan

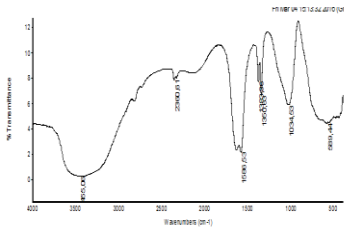
ini terjadi pelepasan air yang terikat secara lemah pada permukaan silika gel yang disebut sebagai air yang terikat secara fisik. Air yang terikat secara fisik dapat diuapkan pada temperatur relatif lebih rendah. Kemudian silika gel dipanaskan menggunakan *muffle furnace* pada suhu 600 °C selama 2 jam. Temperatur ini digunakan karena pada temperatur antara 120 °C – 580 °C terjadi penurunan akibat proses pemutusan ikatan hidrogen pada lapisan pertama, sedangkan pada temperatur di atas 580 °C berlangsung kondensasi gugus silanol dan siloksan^[7]. Menurut Nuryono dan Narsito^[7] reaksi pelepasan air dapat dinyatakan sebagai berikut :



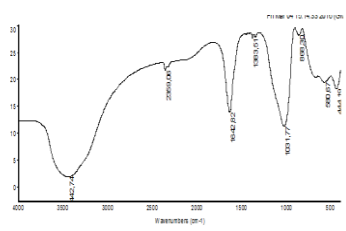
Data kadar air silika gel hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 1. Hasil penelitian menunjukkan silika gel dengan konsentrasi asam format 3M mempunyai kadar air yang optimum sehingga dimungkinkan pada proses adsorpsi silika gel dengan konsentrasi

asam format 3M mempunyai daya adsorpsi yang optimum.

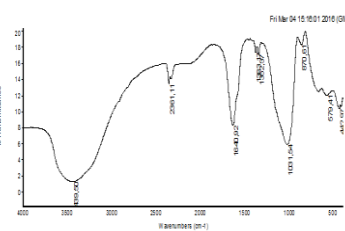
Banyaknya ion logam Cu(II) dan Ni(II) yang teradsorpsi pada umumnya sebanding dengan jumlah situs aktif adsorben berupa gugus silanol dan siloksan. Semakin banyak situs aktif permukaan adsorben maka semakin efektif adsorben dalam mengadsorpsi ion logam. Adsorben hasil sintesis dengan asam format 3M mempunyai daya adsorpsi optimum terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) berturut-turut sebesar 1,09390 dan 0,84352 mg/g serta mempunyai nilai efisiensi adsorpsi optimum sebesar 98,0608 dan 95,7879%. Spektra IR Adsorben hasil sintesis AK HCOOH 3M, AK HCOOH 3M adsorpsi Cu dan AK HCOOH 3M adsorpsi Ni ditunjukkan pada Gambar 1, 2 dan 3. Interpretasi Spektra IR adsorben hasil sintesis AK HCOOH 3M, AK HCOOH 3M adsorpsi Cu dan AK HCOOH 3M adsorpsi Ni ditunjukkan oleh Tabel 2.



Gambar 1. Spektra IR Adsorben Hasil Sintesis AK HCOOH 3M



Gambar 2. Spektra IR Adsorben Hasil Sintesis AK HCOOH 3M Adsorpsi Cu

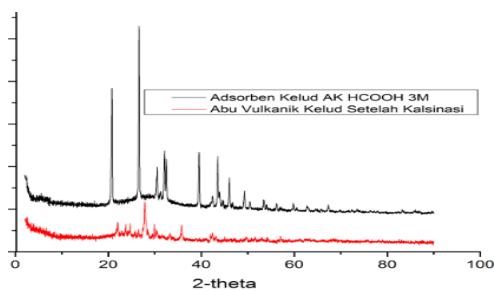


Gambar 3. Spektra IR Adsorben Hasil Sintesis AK HCOOH 3M Adsorpsi Ni

No	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)				Jenis Vibrasi
	Kiesel Gel 60G E-Merck	AK HCOOH 3M	AK HCOOH 3M Ads Cu(II)	AK HCOOH 3M Ads Ni(II)	
1	3462,29	3455,06	3442,74	3439,50	Regangan -OH (Si-OH)
2	1636,79	1586,83	1642,82	1640,92	Bengkokan -OH (Si-OH)
3	1110,63	1034,53	1031,77	1031,54	Regangan asimetri Si-O (Si-O-Si)
4	670,01	589,44	580,67	579,41	Regangan asimetri Si-O-Si
5	470,59	-	444,19	442,97	Bengkokan Si-O-Si

Tabel 2. Interpretasi Spektra IR Kiesel Gel E-Merck, AK HCOOH 3M, AK HCOOH 3M Adsorpsi Cu dan AK HCOOH Adsorpsi Ni

Berdasarkan Hasil Interpretasi Spektra IR adsorben hasil memiliki karakter gugus fungsi yang sama dengan silika gel Kiesel Gel 60G E-Merck. Hasil difraktogram Abu Kelud 2014 dan adsorben hasil sintesis AK HCOOH 3M dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Difraktogram Abu Kelud Setelah Kalsinasi dan AK HCOOH 3M

Hasil interpretasi difraktogram XRD untuk abu Kelud 2014 terlihat bahwa struktur dari abu Kelud hasil

kalsinasi berbentuk amorf kristalin dengan fasa amorf yang lebih dominan. Pengabuan pada temperatur 700 °C akan menghasilkan abu dengan silika bertekstur amorf [5]. Pada difraktogram muncul adanya puncak paling tajam pada 2θ: 29,924; hal ini menunjukkan abu kelud 2014 mengandung senyawa SiO₂ sesuai dengan data JCPDS kode: 83-1833.

Hasil interpretasi difraktogram XRD menunjukkan bahwa adsorben AK HCOOH 3M menunjukkan nilai 2θ mirip dengan data JCPDS SiO₂ 83-1833. Silika gel yang menunjukkan pita melebar dengan puncak 2θ:21-23°, atau mengindikasikan sifat amorf dari silika

gel yang dihasilkan^[8]. Menurut Nuryono dan Narsito^[7] pada difraktogram silika gel Kiesel Gel 60G E-Merck menunjukkan adanya pita melebar pada 2θ sekitar 22° ($d=4,00$). Dari pola difraktogram AK HCOOH 3M terlihat bahwa struktur dari silika gel adalah amorf kristalin. Hal tersebut ditunjukkan dengan terbentuknya puncak-puncak tajam yang menunjukkan fasa kristalin dari karakter senyawa SiO_2 dan pola seperti rumput menunjukkan fasa amorf dari adsorben hasil sintesis. Silika dengan fasa amorf lebih mudah mengadsorpsi adsorbat karena didalam fasa amorf struktur kristalnya kurang rapat dan masih terdapat banyak ruang kosong sehingga nantinya adsorbat akan menempati ruang kosong dalam fasa amorf dari adsorben.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat ditarik beberapa kesimpulan:

1. Efisiensi produktivitas yang maksimum adalah adsorben hasil sintesis dengan asam format 5M.
2. Adsorben Kelud dengan konsentrasi asam format 3M mempunyai daya

dan efisiensi adsorpsi optimum. Nilai daya adsorpsi terhadap ion logam Cu(II) dan Ni(II) berturut-turut 1,09390; 0,84352 mg/g dengan efisiensi adsorpsi berturut-turut 98,0608; 95,7879%.

3. Kadar air adsorben hasil sintesis AK HCOOH 1, 3 dan 5M berturut-turut sebesar 17, 21 dan 18%. Sedangkan keasamannya berturut-turut sebesar 3,9729; 3,6557 dan 3,6557 mmol/gram.
4. Interpretasi spektra IR dan difraktogram XRD silika gel AK HCOOH memiliki kemiripan dengan silika gel Kiesel Gel E-Merck.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Putri Eka Ningtyas. (2015). Karakteristik Kimia dan Mineralogi Abu gunung Kelud Letusan Februari 2014. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor
- [2] Narsito, Nuryono, Suyanta, (2005). *Imobilisasi Senyawa Amin Pada Silika Gel Dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel Dan Kinetika Adsorbs Ion Logam Divalen*, Penelitian Fundamental Perguruan Tinggi UGM, Yogyakarta
- [3] Mujiyanti, D. R., Nuryono, Kunarti E.S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu

Sekam Padi yang Termobilisasi dengan 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. Vol 04, No.02. Hal 150-167

[4] Handini dan Susila Kristianingrum. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Sulfat. *Kimia-S1 Student Journal*. II, Vol.IV, Nomor 02, Tahun 2015. Universitas Negeri Yogyakarta.

[5] Hermania Em Wogo, Juliana Ofi Segu, Pius Dore Ola. (2011). Sintesis Silika Gel Termobilisasi Dhitizon Melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Sains dan Terapan*. Vol 5, No 1, Hal 84-92

[6] Maulana Yusuf, Dede Suhendar, Eko Prabowo Hadisantoso. (2014). Studi Karakterisasi Silika Gel

Hasil Sintesis dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida. *Jurnal*. Vol. VIII, No. 1, Hal. 16-28

[7] Nuryono dan Narsito. (2005). Effect of Acid Concentration on Characters of Silica Gel Synthesized from Sodium Silicate. *Indo J. Chem*, 5 (1), Hal 23-30

[8] Kalapathy, U., A. Proctor and J. Shultz. (2000). *A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash*, *Bioresource Technology* 73, 257-262

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Pembimbing I pada tanggal... 8 April 2016



Susila Kristianingrum, M.Si
NIP. 19650814 199001 2 001

Artikel ini telah direview oleh Penguji utama pada tanggal... 12 April 2016



I Made Sukarna, M.Si
NIP. 19530901 198601 1 001

