

## MODIFIKASI ABU VULKANIK KELUD 2014 SEBAGAI BAHAN ADSORBEN SELEKTIF ION LOGAM TEMBAGA(II)

### MODIFICATION OF VOLCANIC ASH KELUD 2014 AS SELECTIVE ADSORBENT MATERIAL FOR COPPER(II) METAL ION

Susila Kristianingrum\*, Endang Dwi Siswani, dan Suyanta

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta

\*email: [susila.k@uny.ac.id](mailto:susila.k@uny.ac.id)

Diterima 2 Desember 2015 disetujui 4 Maret 2016

#### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan adsorben dari abu vulkanik Kelud dengan efisiensi dan daya adsorpsi terhadap ion logam Cu(II) yang lebih tinggi dibandingkan Kiesel gel 60G E'Merck. Sintesis adsorben dilakukan dengan melarutkan 6 gram abu vulkanik yang telah diaktivasi 700°C selama 4 jam dan dicuci dengan HCl 0,1 M dalam 200 mL natrium hidroksida 3M disertai pengadukan dan pemanasan 100 °C selama 1 jam. Filtrat natrium silikat ditambah asam sulfat hingga netral. Campuran didiamkan selama 24 jam kemudian disaring dan dicuci dengan akuademineralisata hingga netral, selanjutnya dikeringkan dan digerus. Prosedur diulang untuk asam nitrat (1,2,3 M), asam asetat (3 M) dan asam formiat (3 M). Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD, selanjutnya ditentukan keasamaan, kadar air, dan diuji daya adsorpsinya terhadap ion Cu(II) dengan AAS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jenis asam yang menghasilkan rendemen tertinggi adalah AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-3M yaitu 36,93%, Keasaman adsorben silika gel hasil sintesis yang mirip dengan Kiesel gel 60G E'Merck yaitu adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M dan kadar air adsorben silika gel hasil sintesis yang mirip dengan Kiesel gel 60G E'Merck yaitu adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M. Karakter gugus fungsi dari silika gel hasil sintesis semuanya mempunyai kemiripan dengan Kiesel gel 60G E'Merck sebagai pembanding. Analisis kualitatif XRD untuk semua adsorben termodifikasi menunjukkan puncak dominan dari SiO<sub>2</sub> kecuali adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang bersifat amorf dan ikatan kimia dengan FTIR menunjukkan bahwa telah terbentuk ikatan Si-O-Si dan Si-OH. Efisiensi adsorpsi optimum terhadap ion logam Cu(II) diperoleh dari adsorben AK- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-5M yaitu sebesar 93,2617% dan daya adsorpsi optimum terhadap ion logam Cu(II) diperoleh dari adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M yaitu sebesar 2,4919 mg/g.

Kata kunci: adsorben, silika gel, adsorpsi, abu vulkanik kelud, tembaga(II)

#### Abstract

This research aims to prepare an adsorbent from Kelud volcanic ash for better Cu(II) adsorption efficiency than Kieselgel60GE'Merck. Adsorbent synthesis was done by dissolving 6 grams of volcanic ash activated 700°C 4 hours and washed with HCl 0.1 M into 200 ml of 3M sodium hydroxide with stirring and heating of 100 °C for 1 hour. The filtrate sodium silicate was then neutralized using sulfuric acid. The mixture was allowed to stand for 24 hours then filtered and washed with aquaDM, then dried and crushed. The procedure is repeated for nitric acid, acetic acid and formic acid with a contact time of 24 hours. The products were then characterized using FTIR and XRD, subsequently determined acidity, moisture content, and tested for its adsorption of the ion Cu (II) with AAS. The results showed that the type of acid that produced highest rendemen is AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-3M ie 36.93%, acidity of the adsorbent silica gel synthesized similar to Kiesel gel 60G E'Merck ie adsorbent AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M and the water content of the silica gel adsorbent synthesized similar to Kiesel gel 60G E'Merck ie adsorbent AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-2 M. The character of the functional groups of silica gel synthesized all have similarities with Kiesel gel 60G E'Merck as a comparison. Qualitative analysis by XRD for all modified adsorbent showed a dominant peak of SiO<sub>2</sub> except adsorbent AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> amorphous and chemical bonds with FTIR indicates that it has formed a bond of Si-O-Si and Si-OH. The optimum adsorption efficiency of the metal ions Cu(II) obtained from AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-5M adsorbent that is equal to 93.2617% and the optimum adsorption capacity of the Cu(II) metal ions was obtained from the adsorbent AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M is equal to 2.4919 mg/ g.

Keywords: adsorbents, silica gel, adsorption, kelud volcanic ash, copper(II)

## Pendahuluan

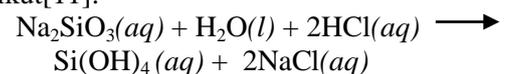
Meletusnya Gunung Kelud pada tahun 2014 membuat abu menyelimuti beberapa wilayah seperti Jawa Timur, Jawa Tengah, dan Yogyakarta. Abu vulkanik dari letusan gunung yang terbawa oleh angin dan tersebar sebenarnya tidak berbahaya, khususnya bagi tanah dan tumbuhan. Abu vulkanik itu nyatanya memiliki dampak positif dan manfaat pada sisi lain. Selain bermanfaat sebagai pupuk tanaman, juga dapat memperbaiki sifat fisika tanah dan kemampuan mengikat air. Abu vulkanik erupsi gunung kelud mengandung 45-55% silika serta aluminium sekitar 18%, sehingga memungkinkan untuk dipakai sebagai bahan sintesis semen geopolimer[1]. Oleh karena kandungan silika yang cukup besar memungkinkan pula abu vulkanik Kelud untuk disintesis menjadi adsorben silika gel. Penelitian pendahuluan tentang sintesis silika gel dari abu vulkanik Kelud untuk adsorpsi ion logam berat Cr(VI) dan Pb(II) telah dilakukan oleh Dwi Erikawati dan Susila Kristianingrum (2015) [2], Yuri Melantika dan Susila Kristianingrum (2015)[3], Handini dan Susila Kristianingrum (2015)[4].

Hasil penelitian [2,3,4] menunjukkan bahwa konsentrasi optimum HCl untuk sintesis adalah 3 M dengan efisiensi adsorpsi terhadap Cr(VI) sekitar 15%; konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk sintesis adalah 5 M dengan efisiensi adsorpsi terhadap Cr(VI) sekitar 5%. Konsentrasi HNO<sub>3</sub> yang optimum untuk sintesis adalah 3 M dengan efisiensi adsorpsi terhadap ion Cr(VI) sekitar 12%. Oleh karena dalam penelitian tersebut efisiensi adsorpsi yang diperoleh masih terlalu kecil dibandingkan kiesel gel 60G E'Merck, dan baru dicoba untuk adsorpsi ion logam Cr(VI) dan Pb(II), maka penelitian tentang pembuatan adsorben dari abu vulkanik Kelud masih perlu dikembangkan, yaitu dengan melanjutkan penelitian di atas dengan mempelajari variabel-variabel penelitian. Dalam penelitian ini akan dilakukan salah satu pemanfaatan abu vulkanik Kelud sebagai sumber silika untuk adsorben selektif ion logam Cu(II), di antaranya dengan penggunaan berbagai jenis dan konsentrasi asam. Penelitian ini difokuskan pada modifikasi abu vulkanik Kelud menjadi adsorben silika gel dengan variasi jenis dan konsentrasi asam, kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi, dan uji adsorpsinya terhadap ion logam Cu(II). Luasnya pemakaian silika gel disebabkan oleh sifat-sifat yang dimilikinya, di antaranya adalah inert, netral dan kereaktifan permukaan yang memiliki daya adsorpsi cukup besar[5]. Silika gel merupakan senyawa SiO<sub>2</sub> hidrat yang bersifat

amorf, mempunyai struktur berpori yang stabil dengan gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) pada permukaannya. Gugus silanol ini akan terprotonasi pada pH 2-3 menjadi Si-O<sup>+</sup>[6]. Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang dapat dimanfaatkan untuk adsorpsi logam berat. Hal ini dikarenakan silika gel memiliki sisi aktif, yaitu gugus siloksan (-Si-O-Si) dan gugus silanol (-Si-OH) serta memiliki luas permukaan yang besar. Atom O yang terdapat dalam gugus siloksan (-Si-O-Si) dan gugus silanol (-Si-OH) digunakan sebagai situs aktif permukaan silika gel, dalam hal ini sebagai donor pasangan elektron, merupakan spesies yang mempunyai ukuran relatif kecil dan mempunyai polarizabilitas rendah sehingga memiliki kecenderungan untuk berinteraksi dengan ion logam berat[7,8].

Oleh karena komponen utama penyusun abu vulkanik Kelud adalah silika (SiO<sub>2</sub>) maka upaya pemanfaatan sebagai bahan dasar sintesis silika gel cukup beralasan[9]. Tahapan pengabuan dilakukan pada suhu 700 °C selama 4 jam. Pada kalsinasi menggunakan suhu 700°C akan didapatkan silika dengan struktur amorf dan pada suhu 900°C ke atas akan didapatkan silika dengan struktur kristalin[10]. Abu vulkanik hasil pemanasan kemudian dicuci dengan HCl 0,1 M yang agar logam-logam pengotor dapat larut sehingga tidak akan mengganggu silika gel ketika digunakan sebagai adsorben. Abu vulkanik yang telah dicuci kemudian dikeringkan dalam oven, setelah itu dilebur menggunakan NaOH 1M sehingga didapatkan natrium silikat, reaksinya:  $\text{SiO}_{2(s)} + 2\text{NaOH}_{(aq)} \longrightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_{3(aq)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)}$

Pengasaman natrium silikat dilakukan dengan variasi jenis asam yaitu asam sulfat, asam nitrat dan asam klorida dengan konsentrasi 3M, yang menghasilkan silika hidrosol yang merupakan dua fasa yang terdiri dari fasa terdispersi dan medium pendispersi. Sebagai fasa terdispersi adalah asam silikat sedangkan medium pendispersinya adalah air. Reaksi pengasaman dengan penambahan asam klorida sebagai berikut[11]:



Berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya, dapat dinyatakan bahwa perbedaan kemampuan adsorpsi silika gel yang disintesis dikarenakan jenis asam yang berbeda[12]. Pada penelitian ini dicoba untuk dipelajari sintesis silika gel dari abu vulkanik Kelud dengan variasi jenis asam yaitu asam sulfat, asam nitrat, asam asetat dan asam formiat. Semakin

banyak ion  $H^+$  yang ditambahkan, maka akan semakin banyak protonasi dan spesies ion silikonium juga semakin banyak, sehingga pembentukan ikatan siloksan semakin cepat. Kristal silika yang diperoleh digerus sampai halus dan dilakukan pengayakan dengan ayakan yang mempunyai ukuran 200 mesh. Selanjutnya adsorben hasil sintesis dikarakterisasi meliputi analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Analisis kualitatif berupa spektra IR dan XRD. Analisis kuantitatif berupa kadar air, keasaman, daya adsorpsi dan efisiensi adsorpsi terhadap ion logam Cu(II).

## Metode Penelitian

Subjek penelitian adalah adsorben hasil modifikasi dari abu vulkanik Kelud yang berasal dari DIY. Objeknya adalah sifat adsorptif dan karakter adsorben hasil modifikasi yang meliputi keasaman, kadar air, spektra IR, XRD, dan efisiensi adsorpsi serta daya adsorpsi terhadap ion logam Cu(II). Teknik pengambilan sampel dilakukan secara “*purposive sampling*”. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jenis dan konsentrasi asam yang digunakan: asam sulfat, asam nitrat, asam asetat dan asam formiat. Variabel terikatnya adalah keasaman, kadar air, efisiensi adsorpsi dan daya adsorpsi adsorben silika gel terhadap ion logam Cu(II).

Alat-alat yang digunakan: spektrometer serapan atom Perkin Elmer 3100, Shimadzu FTIR 8210PC, XRD, muffle furnace, pengaduk magnet (*stirer*) merk Eylea, ayakan ukuran 200 mesh merk Fisher, neraca analitik merk AND HF 300, dryng oven merk Eylea WFO-450 ND, desikator, ball pipet, teflon, pompa vakum, penyaring buchner, shaker, pemusing (*sentrifuse*), pemanas listrik (*hot plate*), alat-alat dari plastik dan alat pendukungnya.

Bahan-bahan yang diperlukan adalah abu vulkanik Kelud 2014, NaOH p.a Merck,  $H_2SO_4$  p.a Merck, HCl p.a Merck,  $HNO_3$  p.a Merck,  $CH_3COOH$  p.a Merck,  $HCOOH$  p.a Merck, Kiesel Gel 60G Merck, akuademineralisata,  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  p.a Merck, larutan simulasi Cu(II), indikator fenofltalein, indikator metil jingga, kertas saring Whatman No. 42, dankertas pH Universal E' Merck.

Prosedur penelitian mengacu penelitian sebelumnya [12], dilakukan melalui tiga tahap, yaitu sintesis adsorben dengan berbagai jenis asam, karakterisasi dan penentuan sifat adsorptif adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II). Tahap ke-1

yaitu sintesis adsorben dari abu vulkanik Kelud 2014: sampel abu vulkanik Kelud 2014 diambil dari DIY secara “*purposive sampling*” pada periode Februari 2014. Abu yang telah diayak dikalsinasi pada temperatur  $700^\circ C$  selama 4 jam. Abu halus sebanyak 25 g dicuci dengan menggunakan 150 ml larutan HCl 0,1 M melalui pengadukan selama 1 jam dan didiamkan semalam, kemudian disaring dan dibilas dengan aquademineralisata hingga netral. Abu vulkanik halus tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada  $110^\circ C$  selama 2 jam dan digunakan untuk pembuatan natrium silikat. Sebanyak 6 gram abu kering yang telah dicuci, dilebur menggunakan 200 mL larutan NaOH 1M sambil diaduk sampai mendidih selama 1 jam kemudian didiamkan selama 18 jam dan disaring.

Sebanyak 20 mL larutan natrium silikat ditempatkan dalam wadah plastik dan ditambahkan  $H_2SO_4$  3 M setetes demi tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnet sehingga terbentuk gel dan diteruskan hingga pH 7 kemudian didiamkan selama 1 malam. Gel yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuademineralisata sampai bersifat netral. Lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur  $120^\circ C$  selama 2 jam. Silika gel kemudian digerus menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Prosedur diulang untuk asam nitrat, asam asetat dan asam formiat. Setelah itu silika gel dikarakterisasi gugus fungsionalnya menggunakan FTIR dan dibandingkan dengan spektra IR pada Kiesel Gel 60G Merck.

Tahap ke-2 yaitu karakterisasi adsorben silika gel menggunakan FTIR dan XRD, selanjutnya ditentukan keasamaan, kadar air.

Tahap ke-3 adalah penentuan sifat adsorptif adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cu(II). Sifat adsorptif adsorben hasil sintesis yang dipelajari adalah efisiensi adsorpsi (Ep) dan daya adsorpsi (D) dihitung berdasarkan rumus:

$$E_p (\%) = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\%$$

$$D = \frac{C_0 - C_1}{m} \times V$$

dengan

D = daya jerap (mg/g)

$C_0$  = konsentrasi ion logam Cu mula-mula (ppm)

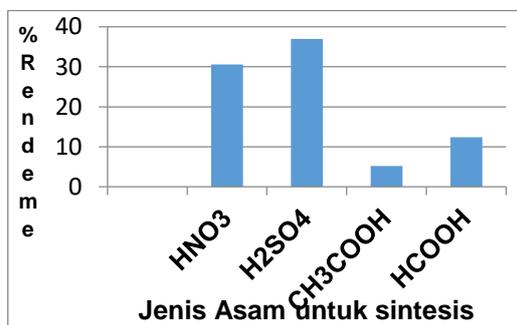
$C_1$  = konsentrasi ion logam Cu setelah proses adsorpsi (ppm)

V = volume ion logam Cu (L)

$m$  = massa adsorben (g)  
 $E_p$  = efisiensi adsorpsi terhadap Cu (%)

## Hasil dan Pembahasan

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter adsorben hasil modifikasi dan mengetahui daya adsorpsi serta efisiensi adsorpsi adsorben dari abu kelud terhadap ion logam Cu(II). Silika gel yang dihasilkan berwarna putih dan halus. Data rendemen adsorben hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 1.



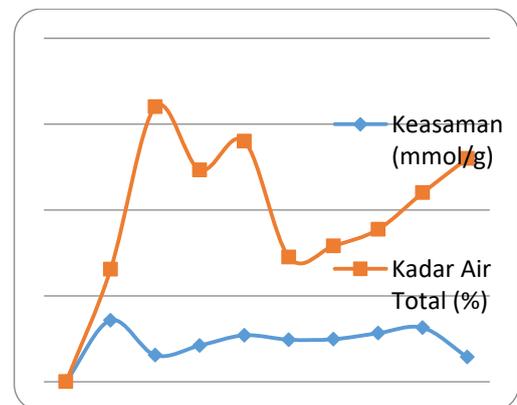
**Gambar 1.** Diagram Rendemen adsorben Hasil Sintesis pada Variasi Jenis Asam

Berdasarkan Gambar 1 tersebut dapat dilihat bahwa adsorben terbanyak dihasilkan dari modifikasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3 M yaitu 36,93%.

Penggunaan asam sulfat paling banyak terjadi pada asam sulfat 3 M. Hal ini sesuai dengan pernyataan bahwa asam sulfat sebagai asam kuat dibasis, dengan penambahan sedikit asam tersebut telah mampu mengubah silikat menjadi asam silikat [8]. Setelah penambahan asam akan terbentuk akuagel yang kemudian akan membentuk bola-bola polimer dan mengalami penyusutan volume yang disertai dengan pelepasan garam natrium sehingga dihasilkan hidrogel [13]. Untuk menghilangkan garam yang masih melekat pada hidrogel dilakukan pencucian terhadap gel sampai akuademineralisasi sisa pencucian bersifat netral. Hal ini menunjukkan bahwa garam-garam hasil samping telah habis dan larut dalam akuademineralisasi. Pada proses pencucian tersebut menyebabkan pH akhir endapan cenderung meningkat. Karena H<sup>+</sup> dalam endapan cenderung sedikit, maka laju reaksi pembentukan Si-O-Si relatif cepat, sehingga bukan gel yang lunak yang terbentuk, melainkan gel yang bersifat padat dan kaku. Hal ini sesuai dengan silika gel hasil sintesis setelah dikeringkan dalam oven

berbentuk bongkahan padatan kaku [14]. Sintesis silika gel dengan variasi asam tersebut belum optimum karena dipengaruhi oleh banyak faktor. Salah satunya adalah faktor perhitungan rasio SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O yang harus mendekati satu agar terbentuk natrium metasilikat (Na<sub>2</sub>O.SiO<sub>2</sub>) dalam jumlah optimum [15]. Semakin optimum jumlah natrium metasilikat maka sintesis silika gel semakin optimum. Rasio yang lebih besar dari 1 akan menyebabkan terbentuknya Na<sub>2</sub>O.2SiO<sub>2</sub> (natrium disilikat) dan Na<sub>2</sub>O.4SiO<sub>2</sub> (natrium tetrasilikat), sedangkan bila rasio lebih kecil dari 1 maka akan terbentuk 2Na<sub>2</sub>O.SiO<sub>2</sub> (natrium ortosilikat). Senyawa-senyawa ini kurang reaktif dalam proses pembentukan silika gel, sehingga membutuhkan waktu lebih lama dalam proses kondensasi dan polimerisasi [15].

Setelah adsorben hasil sintesis dari abu kelud dihasilkan, kemudian dilakukan karakterisasi dan dibandingkan dengan Kiesel gel 60G buatan E-Merck. Karakter adsorben yang dipelajari meliputi keasaman, kadar air, spektra infra merah (IR), daya adsorpsi silika gel serta efisiensi adsorpsi terhadap ion logam Cu(II), XRD. Dari uji kadar air dari adsorben maka akan didapatkan rumus kimia dari adsorben hasil sintesis dan pembandingnya. Grafik Keasaman, Kadar Air AK Hasil Sintesis dan Pembanding (Kiesel Gel 60G E' Merck) ditunjukkan dalam Gambar 2.



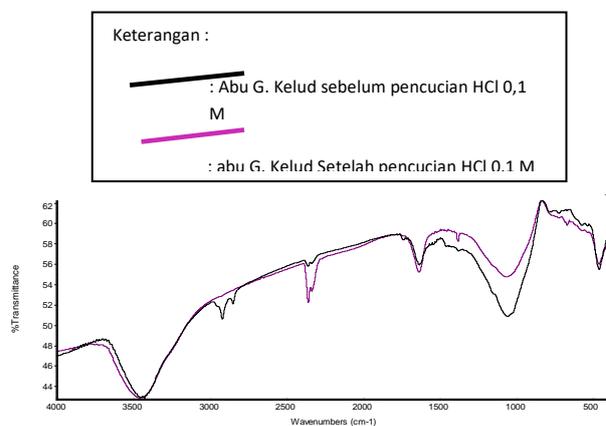
**Gambar 2.** Grafik Keasaman dan Kadar Air dari Adsorben Kelud Hasil Sintesis dan Pembanding

### Keterangan:

- AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : Adsorben dari Abu Kelud hasil sintesis dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- AK -HNO<sub>3</sub> : Adsorben dari Abu Kelud hasil sintesis dengan HNO<sub>3</sub>
- AK -CH<sub>3</sub>COOH : Adsorben dari Abu Kelud hasil sintesis dengan CH<sub>3</sub>COOH
- AK-HCOOH : Adsorben dari Abu Kelud hasil sintesis dengan HCOOH

Berdasarkan Gambar 2, nilai keasaman adsorben hasil sintesis dengan larutan asam sulfat, asam nitrat, asam asetat dan asam formiat berbeda-beda. Dari hasil diperoleh kadar keasaman AK- $\text{H}_2\text{SO}_4$ , AK- $\text{HNO}_3$ , AK- $\text{CH}_3\text{COOH}$ , dan AK- $\text{HCOOH}$  bervariasi dan harganya berkisar 2-3 mmol/g, kecuali untuk AK- $\text{HCOOH}$  yang paling rendah yaitu 1,430 mmol/g. Hal ini disebabkan oleh karena penggunaan  $\text{HCOOH}$  adalah asam lemah yang sedikit menghasilkan ion  $\text{H}^+$ , sehingga pembentukan ion silikonium semakin sedikit. Urutan keasaman yang diperoleh adalah  $\text{AK-CH}_3\text{COOH} > \text{AK-H}_2\text{SO}_4 > \text{AK-HNO}_3 > \text{AK-HCOOH}$ . Keasaman tertinggi diperoleh dari Kiesel Gel 60G yaitu 3,575 mmol/g dan yang mirip adalah AK- $\text{CH}_3\text{COOH-3M}$  yaitu sebesar 3,142 mmol/g. Hal ini didukung hasil XRD terhadap adsorben hasil sintesis[16].

Kadar air dari adsorben hasil sintesis menunjukkan bahwa yang mirip dengan Kiesel Gel 60G adalah AK- $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-2M}$  yaitu sebesar 7,246%. Urutan kadar air adalah  $\text{AK-HNO}_3 > \text{AK-HCOOH} > \text{AK-CH}_3\text{COOH} > \text{AK-H}_2\text{SO}_4$ . Sedangkan kadar air yang paling tinggi 16% diperoleh dari AK- $\text{HNO}_3\text{-1M}$ , dan yang paling rendah 7,246% adalah AK- $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-2M}$ . Hal ini kemungkinan disebabkan pada proses pengeringan masih kurang lama waktunya sehingga kadar airnya masih cukup tinggi[16].

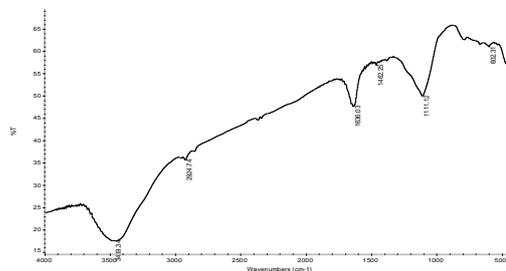


**Gambar 3.** Spektra IR Abu Kelud Sebelum dan Sesudah dicuci dengan HCl 0,1M

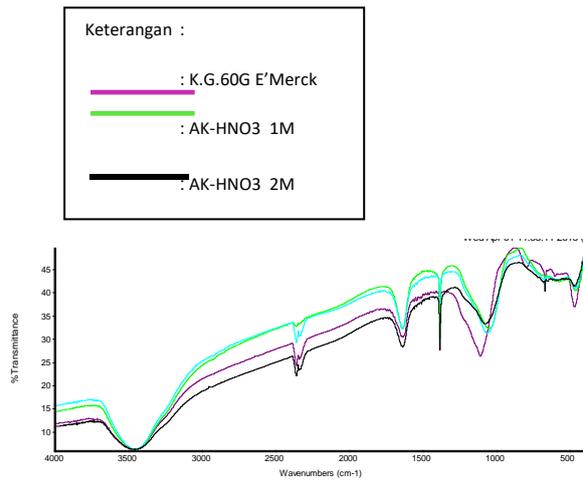
Karakterisasi adsorben silika gel menggunakan instrumentasi spektrofotometer infra merah bertujuan untuk mengetahui adanya gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ), siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ), gugus S-H dan gugus lainnya. Analisa awal dilakukan pada sampel abu vulkanik Gunung Kelud kalsinasi sebelum dicuci dan abu vulkanik Gunung Kelud setelah dikalsinasi setelah dicuci dengan asam

klorida 0,1 M. Analisis dengan menggunakan spektra infra merah (IR) ini dilakukan pada daerah bilangan 400–4000  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra IR abu vulkanik Gunung Kelud sebelum dan sesudah dilakukan pencucian dapat dilihat pada Gambar 3.

Berdasarkan hasil spektra IR pada abu vulkanik sebelum dan sesudah dicuci memiliki pita serapan yang hampir sama yaitu serapan karakteristik pada pita serapan yang melebar pada bilangan gelombang masing-masing 3460,83  $\text{cm}^{-1}$  dan 3430,96  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi regangan gugus  $-\text{OH}$  dari  $\text{Si-OH}$ [2,3,4]. Serapan karakteristik abu vulkanik sebelum dan sesudah pencucian pada bilangan gelombang 1639,19  $\text{cm}^{-1}$  dan 1635,64  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan bengkok yang mempertegas gugus-OH dari  $\text{Si-OH}$ . Pada bilangan gelombang 1071,45  $\text{cm}^{-1}$  dan 1057,66  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan karakteristik abu vulkanik sebelum dan sesudah pencucian yang menunjukkan vibrasi regangan asimetri gugus  $\text{Si-O}$  dari  $\text{Si-O-Si}$ . Pita serapan pada bilangan gelombang 462,44  $\text{cm}^{-1}$  dan 461,37  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi bengkok dari  $\text{Si-O-Si}$  dari masing-masing abu vulkanik sebelum dan sesudah pencucian. Hasil spektra IR abu vulkanik terdapat pita serapan di daerah bilangan gelombang 2361,35  $\text{cm}^{-1}$  dan 1383,14  $\text{cm}^{-1}$  dan sesudah pencucian pita serapan tersebut cenderung hilang atau intensitasnya sangat kecil. Pita serapan tersebut dimungkinkan gugus pengotor yang larut dalam HCl 0,1 M[16]. Perbedaan diperlihatkan abu vulkanik sesudah dan sebelum pencucian yaitu kenaikan intensitas serapan pada abu vulkanik sesudah pencucian. Spektra IR dari Kiesel Gel 60G ditunjukkan dalam Gambar 4. Spektra IR dari adsorben hasil sintesis dengan  $\text{HNO}_3$  ditunjukkan dalam Gambar 5.



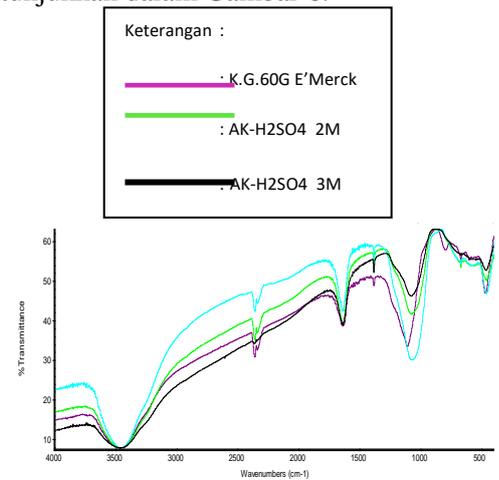
**Gambar 4.** Spektra IR Kiesel Gel 60G E'Merck



**Gambar 5.** Spektra IR dari adsorben hasil sintesis dengan  $\text{HNO}_3$ [3,16]

Pada masing-masing pita serapan kiesel gel 60G dan silika gel hasil sintesis (SG- $\text{HNO}_3$  1 M, SG- $\text{HNO}_3$  2 M, dan SG- $\text{HNO}_3$  3 M) menunjukkan serapan yang melebar di daerah  $3462,29 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3459,94 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3448,92 \text{ cm}^{-1}$ ; dan  $3459,61 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi renggang gugus  $-\text{OH}$  (Si-OH). Adanya  $-\text{OH}$  dipertegas dengan adanya pita serapan di daerah dengan bilangan gelombang berturut-turut  $1636,79 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1637,96 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1636,83 \text{ cm}^{-1}$ ; dan  $1637,19 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan bengkokan gugus  $-\text{OH}$  (Si-OH). Pada serapan  $1110,63 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1637,96 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1066,20 \text{ cm}^{-1}$ ; dan  $1077,26 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi renggangan asimetri gugus Si-O (Si-O-Si). Pita serapan yang mempertegas keberadaan ikatan Si-O yang muncul pada bilangan gelombang  $670,01 \text{ cm}^{-1}$ , tetapi pada SG- $\text{HNO}_3$  1 M tidak terdapat serapan pada daerah bilangan gelombang ini. Sedangkan pada SG- $\text{HNO}_3$  2 M dan SG- $\text{HNO}_3$  3 M menunjukkan adanya pita serapan yang mempertegas Si-O pada bilangan gelombang  $668,60 \text{ cm}^{-1}$  dan  $668,68 \text{ cm}^{-1}$ . Ketidakhadiran pita serapan Si-O pada SG- $\text{HNO}_3$  1 M dapat disebabkan karena intensitas serapan yang dimiliki SG- $\text{HNO}_3$  1 M pada daerah tersebut sangat lemah sehingga tidak dapat terbaca oleh spektrum IR. Pita serapan lain yang mempertegas adanya gugus Si-O adalah pada bilangan gelombang  $470,58 \text{ cm}^{-1}$ ;  $463,45 \text{ cm}^{-1}$ ;  $465,14 \text{ cm}^{-1}$ ; dan  $463,96 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi bengkokan dari Si-O-Si. spektra IR silika gel hasil sintesis menunjukkan adanya serapan tajam di daerah sekitar  $1384 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ulur simetri gugus  $\text{N}=\text{O}$ . Hal ini dikarenakan pengaruh penggunaan asam nitrat untuk sintesis silika gel[3,16].

Spektra IR dari silika gel hasil sintesis dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ditunjukkan dalam Gambar 6.

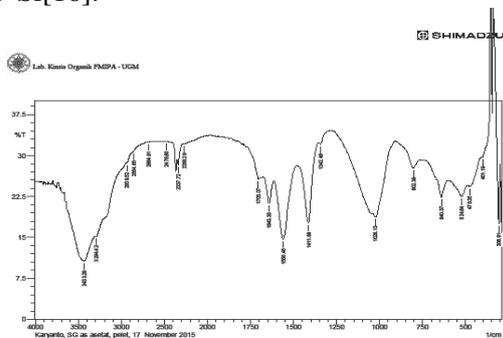


**Gambar 6.** Spektra IR dari adsorben silika gel hasil sintesis dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ [4,16]

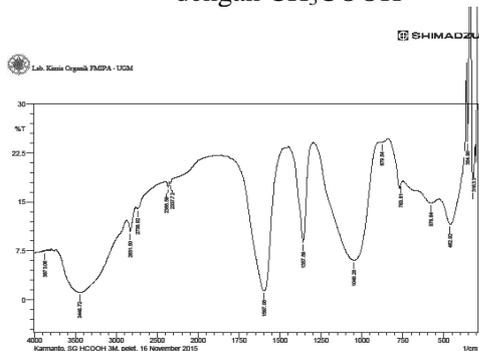
Berdasarkan hasil spektra IR silika gel hasil sintesis dengan variasi konsentrasi asam sulfat, spektra yang dihasilkan mirip dengan kiesel gel 60G sebagai pembanding (Gambar 6). Pada silika gel hasil sintesis dengan asam sulfat 2, 3 dan 5 M serta kiesel gel 60G menunjukkan serapan yang melebar di daerah  $3454,2 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3452,91 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3467,78 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3462,29 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi rentangan gugus  $-\text{OH}$  dari Si-OH. Munculnya spektra pada bilangan gelombang  $1635,74 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1644,55 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1637,54 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1636,79 \text{ cm}^{-1}$  mempertegas adanya gugus  $-\text{OH}$  yang merupakan bengkokan gugus  $-\text{OH}$  dari Si-OH. Pada serapan  $1071,01 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1074,13 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1076,93 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1110,63 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rengangan Si-O dari Si-O-Si. Hal ini didukung dengan serapan pita pada  $457,49 \text{ cm}^{-1}$ ;  $460,74 \text{ cm}^{-1}$ ;  $462,82 \text{ cm}^{-1}$ ;  $470,58 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi bengkokan dari Si-O-Si. Selain itu pada Kiesel gel muncul spektra yang mendukung adanya gugus Si-O-Si yang terletak pada bilangan gelombang  $670,01 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya renggangan asimetri Si-O-Si, sedangkan pada silika gel hasil sintesis tidak muncul. Ini disebabkan oleh serapan tersebut terlalu lemah, sehingga tidak dapat terbaca pada spektra IR[17].

Spektra IR dari adsorben hasil sintesis dengan Asam Lemah ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  dan  $\text{HCOOH}$ ) ditunjukkan dalam Gambar 7 dan 8. Berdasarkan spektra tersebut serapan yang melebar di daerah  $3433,29 \text{ cm}^{-1}$ ;  $3448,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentangan gugus  $-\text{OH}$  dari Si-OH. Pada serapan  $2939,52$ - $2854,65 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentangan dari  $-\text{CH}$  yang menunjukkan adanya

gugus alkil, dan serapan pada  $1381,03\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{CH}$  bending yang menunjukkan adanya gugus metil. Muncul serapan pada  $1705,07\text{ cm}^{-1}$  di samping pita serapan pada  $1604,77\text{ cm}^{-1}$  untuk spektra  $\text{AK-CH}_3\text{COOH}$ . Dengan demikian ada kemungkinan atom C pada rantai alkil merupakan C karbonil keton dengan ujung yang lain merupakan asam karboksilat, meskipun pita serapan melebar pada  $3433,29\text{ cm}^{-1}$  juga sudah sangat menurun intensitasnya. Munculnya spektra pada bilangan gelombang  $1643,35\text{ cm}^{-1}$ ;  $1597,06\text{ cm}^{-1}$  mempertegas adanya gugus  $\text{-OH}$  yang merupakan bengkokan gugus  $\text{-OH}$  dari  $\text{Si-OH}$ . Pada serapan  $1026,13$  dan  $1049,28\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi regangan  $\text{Si-O}$  dari  $\text{Si-O-Si}$ . Hal ini didukung dengan serapan pita pada  $478,35$ ;  $462,92\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi bengkokan dari  $\text{Si-O-Si}$ [16].



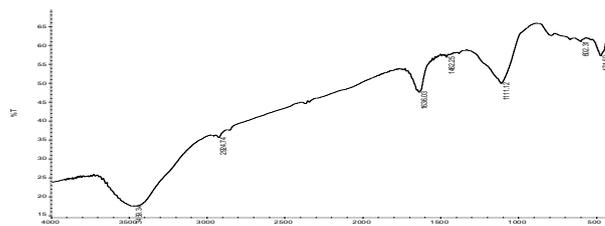
Gambar 7. Spektra IR dari adsorben hasil sintesis dengan  $\text{CH}_3\text{COOH}$



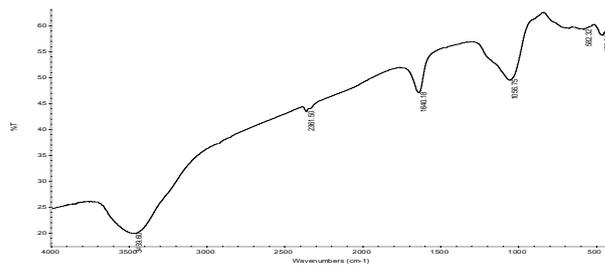
Gambar 8. Spektra IR dari adsorben hasil sintesis dengan  $\text{HCOOH}$

Hanya saja, serapan pada daerah di bawah  $1000\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan pita-pita yang cenderung tidak berubah dibandingkan dengan kiesel gel 60G. Hal ini menunjukkan masih banyak senyawa pengotor pada adsorben hasil sintesis dengan asam lemah.

Spektra inframerah perbandingan dari kiesel gel 60G sebelum dan sesudah adsorpsi dengan ion logam  $\text{Cu(II)}$  dapat dilihat pada Gambar 9, 10.



Gambar 9. Spektra IR Kiesel Gel 60G E'Merck Sebelum Adsorpsi

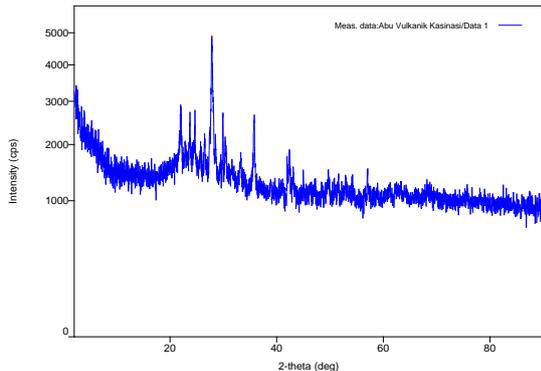


Gambar 10. Spektra IR Kiesel Gel 60G E'Merck Setelah Adsorpsi Ion Logam  $\text{Cu(II)}$

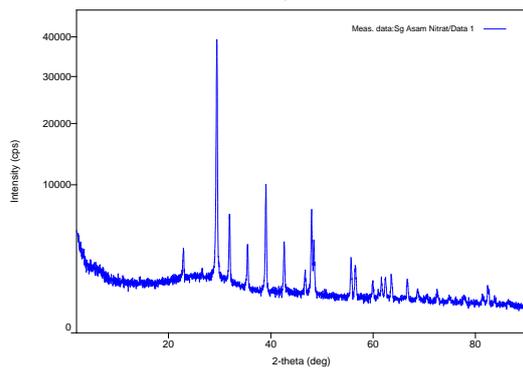
Pada spektra IR KG-60G sebelum adsorpsi  $\text{Cu(II)}$  muncul serapan pada  $3469,34\text{ cm}^{-1}$ ; setelah adsorpsi bergeser pada  $3468,57\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan regangan  $\text{-OH}$  ( $\text{Si-OH}$ ), serapan  $1636,03\text{ cm}^{-1}$  sebelum adsorpsi bergeser ke  $1640,91\text{ cm}^{-1}$  setelah adsorpsi dan ini menunjukkan bengkokan  $\text{-OH}$  ( $\text{Si-OH}$ ), sedangkan serapan  $1111,12\text{ cm}^{-1}$  sebelum adsorpsi bergeser ke  $1106,37\text{ cm}^{-1}$  setelah adsorpsi yang menunjukkan regangan asimetri  $\text{Si-O}$  ( $\text{Si-O-Si}$ ) dan munculnya serapan  $602,31\text{ cm}^{-1}$  sebelum adsorpsi namun setelah adsorpsi bergeser ke  $797,17\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan regangan asimetri  $\text{Si-O-Si}$ . Adanya serapan pada  $471,50\text{ cm}^{-1}$  sebelum adsorpsi bergeser ke  $469,59\text{ cm}^{-1}$  setelah adsorpsi yang menunjukkan bengkokan  $\text{Si-O-Si}$ . berubahnya sudut antara dua ikatan. Adanya Vibrasi rentangan terjadi pada atom-atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan vibrasi bengkokan terjadi akibat penjerapan ditunjukkan dengan adanya perubahan intensitas maupun pergeseran spektra inframerah silika gel sebelum dan sesudah adsorpsi ion logam. Hal ini dipengaruhi oleh kondisi lingkungan yang berbeda dengan penambahan larutan ion logam yang mengakibatkan distorsi pada tiap-tiap ikatan sehingga energi yang diserap menjadi berbeda dengan keadaan spektra mula-mula. Selain itu, adanya ion logam  $\text{Cu(II)}$  dalam adsorben dapat terbaca dalam spektra inframerah pada bilangan gelombang di bawah  $400\text{ cm}^{-1}$ . Namun, dalam penelitian ini alat inframerah yang digunakan tidak

dapat mendeteksi pada bilangan gelombang tersebut, sehingga ion logam pada adsorben tidak dapat terbaca oleh spektra FTIR[12,16].

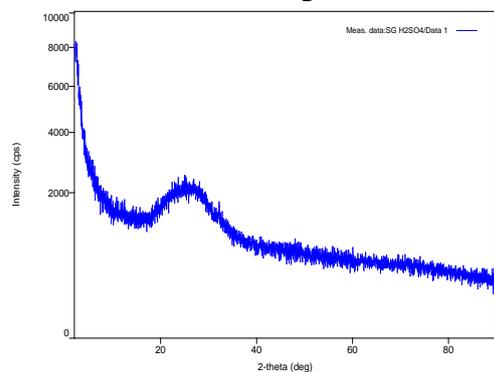
Hasil karakterisasi abu vulkanik Kelud 2014 asli, adsorben hasil modifikasi dengan HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, asam asetat dan asam formiat dengan XRD ditunjukkan dalam Gambar 11a, b, c, d, e[16]. Sedangkan XRD untuk Kiesel Gel 60G ditunjukkan dalam Gambar 11f[19].



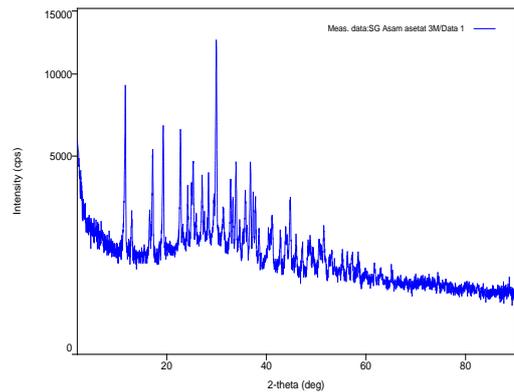
Gambar 11a. Difraktogram abu Kelud asli



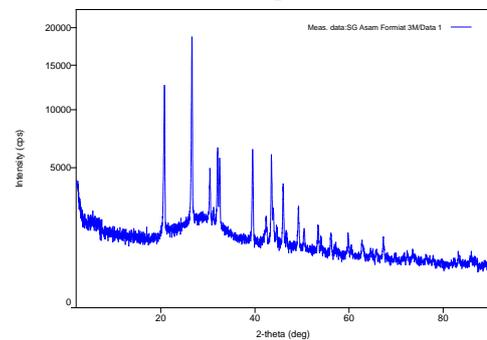
Gambar 11b. Difraktogram Adsorben Kelud hasil sintesis dengan HNO<sub>3</sub>



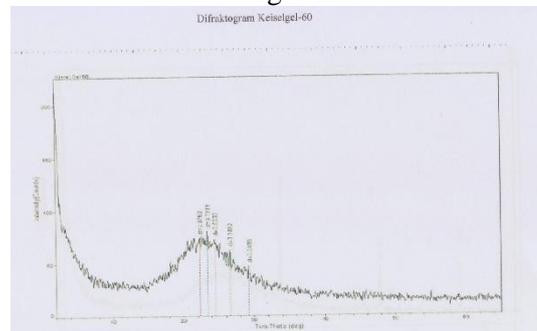
Gambar 11c. Difraktogram Adsorben Kelud hasil sintesis dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



Gambar 11d. Difraktogram Adsorben Kelud hasil sintesis dengan CH<sub>3</sub>COOH



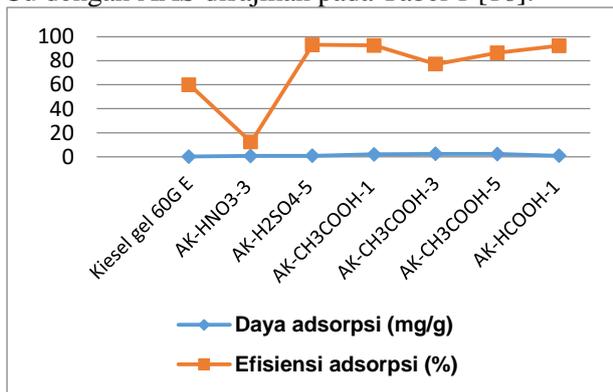
Gambar 11e. Difraktogram Adsorben Kelud hasil sintesis dengan HCOOH



Gambar 11f. Difraktogram Kiesel Gel 60G E'Merck

Pengujian sifat adsorptif dilakukan dengan AAS. Ep dari adsorben hasil sintesis dengan berbagai asam terhadap ion logam Cu ditunjukkan dalam Gambar 12. Berdasarkan Gambar 12 tersebut diperoleh bahwa efisiensi adsorpsi dari adsorben silika gel hasil sintesis menggunakan asam sulfat 5 M adalah 93,2617%. Ep ion logam Cu(II) tersebut optimum jika dibandingkan dengan kiesel gel 60G yaitu sebesar 59,9930%. Hal ini menunjukkan bahwa adanya faktor konsentrasi asam yang digunakan terhadap perbedaan kemampuan adsorpsi ion logam Cu(II). Banyaknya ion logam Cu(II) yang teradsorpsi umumnya

sebanding dengan jumlah situs aktif adsorben. Semakin banyak ion H<sup>+</sup> yang ditambahkan, semakin banyak protonasi dan spesies ion silikonium juga semakin banyak, sehingga pembentukan ikatan siloksan semakin cepat. Semakin banyak situs aktif permukaan adsorben, semakin efektif adsorben dalam mengadsorpsi ion Cu(II). Penelitian ini telah dapat meningkatkan efisiensi adsorpsi dari adsorben yang disintesis dibandingkan dari kiesel gel 60G. Kondisi analisis Cu dengan AAS disajikan pada Tabel 1 [18].

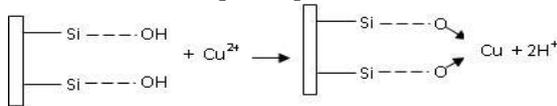


Gambar 12. Grafik daya adsorpsi dan Ep berbagai adsorben hasil sintesis.

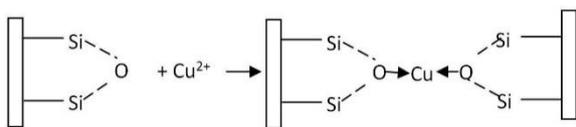
Tabel 1. Kondisi analisis Cu dengan AAS

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Tipe nyala	Sensitivitas (µg/ml)	Range kerja (µg/ml)	Batas deteksi (µg/ml)
Cu	324,7	Udara-Asetilen	0,04	2-8	0,002

Reaksi pengikatan ion logam Cu(II) pada gugus silanol dan siloksan ditunjukkan dalam Gambar 13 dan 14[12,16].



Gambar 13. Reaksi pengikatan ion logamCu(II) pada gugus silanol



Gambar 14. Reaksi pengikatan ion logam Cu(II) pada gugus siloksan

Adsorben (AK-HNO<sub>3</sub>-3M) mempunyai Ep paling kecil yaitu 12,3075% bila dibandingkan Kiesel Gel 60G, AK-CH<sub>3</sub>COOH-1,3,5M maupun AK-HCOOH-1,3,5M. Hal ini didukung hasil XRD untuk AK-HNO<sub>3</sub>-3M yang mempunyai fase kristalin. Kemampuan adsorpsi terhadap ion Cu(II) dari adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-5M ini didukung oleh hasil XRD yang menunjukkan adsorben hasil sintesis dengan asam sulfat strukturnya amorf (lihat Gambar 11c). Asam sulfat merupakan asam kuat dan dapat berfungsi sebagai oksidator yang kuat, yang bersifat sangat korosif. Sifat korosif ini dapat menyebabkan rusaknya adsorben hasil sintesis sehingga menjadi amorf. Bila dibandingkan dengan difraktogram Kiesel gel 60G maka semua difraktogram adsorben hasil sintesis menunjukkan puncak dominan dari SiO<sub>2</sub> kecuali adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang menunjukkan struktur amorf. Fasa kristalin dalam AK-HNO<sub>3</sub> adalah kristal garam NaNO<sub>3</sub>, karena terbentuk dari HNO<sub>3</sub> dengan NaOH sisa sintesis natrium silikat. Asam nitrat merupakan asam anorganik kuat yang menyumbangkan 1 proton dalam larutannya[16].

Pengabuan pada temperatur 700 °C akan menghasilkan abu dengan silika bertekstur amorf, sedangkan pengabuan pada temperatur 800 dan 900°C akan menghasilkan abu dengan silika bertekstur kristal. Abu dengan struktur amorf lebih mudah dilebur dan mengoptimalkan silika yang dihasilkan[9].

### Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian tersebut maka dapat disimpulkan:Jenis asam yang menghasilkan adsorben optimum adalah AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-3Myaitu 36,93%. Keasaman adsorben silika gel hasil sintesis yang mirip dengan Kiesel gel 60G E'Merck yaitu adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M dan kadar air adsorben silika gel hasil sintesis yang mirip dengan Kiesel gel 60G E'Merck yaitu adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M. Karakter gugus fungsi dari silika gel hasil sintesis semuanya mempunyai kemiripan dengan Kiesel gel 60G E'Merck sebagai pembanding. Analisis kualitatif dengan XRD semua adsorben termodifikasi menunjukkan puncak dominan dari SiO<sub>2</sub> kecuali adsorben AK-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang bersifat amorf dan dengan FTIR menunjukkan bahwa telah terbentuk ikatan Si-O-Si dan Si-OH. Ep optimum terhadap ion logam Cu(II) diperoleh dari adsorben AK- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-5M yaitu sebesar 93,2617% dan daya adsorpsi optimum terhadap ion logam Cu(II) diperoleh dari adsorben AK-CH<sub>3</sub>COOH-3M yaitu sebesar 2,4919 mg/g.

## Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta sebagai pemberi dana penelitian ini, serta mahasiswa-mahasiswa yang tergabung dalam penelitian payung ini (Dwi Erika, Yuri, Handini, Karyanto, Maryam, dan Reni).

## Pustaka

- [1] Gunawan Budiyo. *Abu Vulkanik Gunung Kelud Punya Manfaat Besar*. <http://www.muhammadiyah.or.id> diakses tanggal 11 Maret 2014
- [2] Dwi Erikawati dan Susila Kristianingrum (2015) Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Klorida, *Student Journal Kimia*, IV, 02, UNY
- [3] Yuri Melantika dan Susila Kristianingrum (2015) Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Nitrat, *Student Journal Kimia*, IV, 02, UNY
- [4] Handini dan Susila Kristianingrum (2015) Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Penambahan Asam Sulfat, *Student Journal Kimia*, IV, 02, UNY
- [5] Scott, R. P. W. (1993). *Silica and Bonded Phase*. Chicester UK: John Wiley and Sons Ltd., 2-4
- [6] Harris, Daniel C. (2007) *Quantitative Chemical Analysis*. New York: W. H Freeman and Company, 560
- [7] Tuhi Prihantoro. Candi Borobudur dinyatakan Siaga Bencana. <http://m.suaramerdeka.com> diakses tanggal 2 Juni 2014.
- [8] Nuryono dan Narsito (2005) Effect of Acid Concentration on Characters of Silica Gel Synthesized from Sodium Silicate, *Indo J. Chem*, 5 (1), 23-30
- [9] 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, 84-92.
- [10] Mashudi dan Munasir (2015) Pengaruh Waktu Tahan pada Proses Hidrotermal dan Temperatur Kalsinasi Terhadap Kekristalan Silika dari Bahan Alam Pasir Kuarsa. *Jurnal Fisika*. Vol. 04, No.01, 32-36
- [11] Nuryono, Narsito, dan Sutarno (2004) Kajian Penggunaan NaOH dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Pada Pembuatan Silika Gel Dari Abu Sekam Padi. *Prosiding Semnas Penelitian Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Yogyakarta: Hotel Sahid Raya. 35
- [12] Susila Kristianingrum, Endang Dwi Siswani, dan Anisa Fillaeli (2011). Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya Terhadap Ion Logam Tembaga(II). *Prosiding Seminar Nasional Kimia* 26 November 2011. Yogyakarta : FMIPA UNY.
- [13] Robi Maulana S, Rudiyanasyah & Nelly Wahyuni (2014) Sintesis Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Kaca Termodifikasi Asam Stearat. *JKK vol. 3(3)*. Universitas Tanjungpura, 36-42
- [14] Angelina R, Rachmat Triadi, dan Yuniar Ponco (2013) Metode Preparasi Gel pada Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo. *Kimia Student Journal*. Vol 1. No. 2. Malang : Universitas Brawijaya, 161-167
- [15] Rungronimidchai, Supitcha, Phokhanusai, Wachira, Sangkhaho, Nathapong (2009). Preparation of Silica gel from Rice Husk Ask Using microwave Heating. *Journal of Materials and Minerals*. 19, 2, 45-50
- [16]. Susila Kristianingrum, Endang Dwi Siswani, dan Suyanta (2015). Modifikasi Abu Vulkanik Kelud 2014 Sebagai Bahan Adsorben Selektif Ion Logam Tembaga(II). *Laporan Penelitian*. Yogyakarta : FMIPA UNY.
- [17] Hardjono S (1991). *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty, 102
- [18] S.M.Khopkar (1990) *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press, 278
- [19]. Kristianus Rendra dan Susila K (pembimbing) (2011). Pengaruh Variasi Asam Organik Terhadap Karakter Silika Gel dari Abu Cangkang Kelapa Sawit Perkebunan PTPN XIII Parindu Kalimantan Barat. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UNY.