

Pengaruh Variasi pH dan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) Terhadap Sintesis Silika dari Abu Vulkanik Gunung Kelud

Mohammad Iqbal¹, Krisna Kumara Dewa², Meiska Dyah³, Suprihatin^{4*}, Nur Aini Fauziyah^{5,*}

^{1,2,4}Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya No. 1, Kec. Gunung Anyar, Surabaya 60294

^{3,5}Program Studi Fisika, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya No. 1, Kec. Gunung Anyar, Surabaya 60294

⁴Innovation Center of Appropriate Food Technology for Lowland and Coastal Area, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya No. 1, Kec. Gunung Anyar, Surabaya 60294

⁵HealthTech Excellence Research Group, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya No. 1, Kec. Gunung Anyar, Surabaya 60294

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 8 Maret 2024

Direvisi: 10 April 2024

Diterima: 3 Mei 2024

Kata kunci:

Abu vulkanik

Kopresipitasi

Silika

Keywords:

Volcanic ash

Coprecipitation

Silica

Penulis Korespondensi:

Nur Aini Fauziyah, Suprihatin

Email: nur.aini.fisika@upnjatim.ac.id

suprihatin.tk@upnjatim.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini membahas terkait pengaruh penambahan variasi pH dan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) terhadap sintesis silika dari abu vulkanik. Metode yang digunakan dalam sintesis silika adalah kopresipitasi. Hasil sintesis silika dilakukan analisis XRD, SEM, dan FTIR untuk mengetahui fase, morfologi pada sampel, dan gugus fungsi. Pada analisis XRD diperoleh hasil silika dengan struktur kristal heksagonal yang lebih dominan. Pada analisis SEM terhadap silika (SiO_2) menunjukkan morfologi permukaan pada sampel, dimana silika (SiO_2) memiliki bentuk mesoporous. Hasil dari penelitian ini didapatkan ukuran partikel silika terkecil yaitu 27,3174 nm, sedangkan yang terbesar yaitu 103,5214. pH dan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) berpengaruh terhadap struktur kristal dan ukuran partikel silika yang didapatkan. Pada analisis FTIR didapatkan gugus fungsi Si-OH yang menandakan keberhasilan terbentuknya silika.

This research discusses the effect of adding pH variations and CTAB (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide) on the synthesis of silica from volcanic ash. The method used in silica synthesis is coprecipitation. The results of the silica synthesis were subjected to XRD, SEM and FTIR analysis to determine the phase, morphology of the sample and functional groups. In the XRD analysis, the results showed silica with a more dominant hexagonal crystal structure. SEM analysis of silica (SiO_2) shows the surface morphology of the sample, where silica (SiO_2) has a mesoporous shape. The results of this research showed that the smallest silica particle size was 27.3174 nm, while the largest was 103.5214. pH and CTAB (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide) influence the crystal structure and size of the silica particles obtained. In FTIR analysis, the Si-OH functional group was obtained which indicates the success of silica formation.

Copyright © 2024 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

Abu vulkanik Gunung Kelud memiliki kandungan pertikel yang sangat bagus dan berkualitas tinggi, yaitu SiO_2 67,02%; Fe_2O_3 12,1%; Al_2O_3 9%; CaO 10,2%; K_2O 1,66%. Kandungan silika memiliki persentase paling besar mencapai 67,02% dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan silika dari bahan alam (Ramadhanty et al., 2021). Sintesis silika dari bahan alam yang bersumber dari limbah Abu Vulkanik Gunung Kelud memiliki keunggulan, yaitu berbentuk *amorphous* yang lebih reaktif dan memiliki *specific surface area* atau luas permukaan yang besar. Silika dapat disintesis dari berbagai sumber alam, antara lain lumpur lapindo, abu vulkanik, abu sekam padi, abu ketel industri gula, abu ampas tebu, dan pasir silika alami (Azzahra et al., 2020).

Sintesis silika memerlukan perlakuan khusus untuk sampai pada skala nano, yaitu menggunakan beberapa metode seperti metode *sol-gel process*, metode *gas phase process*, metode kopresipitasi, metode *emulsion techniques*, dan metode plasma *spraying & fogging process* (polimerisasi silika terlarut menjadi *organo* silika. Salah satu metode yang mudah dilakukan untuk menghilangkan silika adalah metode kopresipitasi. Kopresipitasi memiliki beberapa keunggulan, antara lain: proses berlangsung pada suhu rendah dan relatif lebih mudah, dapat diaplikasikan dalam segala kondisi, menghasilkan produk dengan kemurnian dan kehomogenan yang tinggi. Apabila parameteranya divariasikan maka ukuran dan distribusi pori dapat dikontrol (Rakhmawaty et al., 2016).

Silika mesopori adalah silika berbentuk mesopori dan perkembangan terbaru dalam nanoteknologi. Jenis nanopartikel mesopori yang paling umum adalah MCM-41 dan SBA-15. Material mesopori, dengan diameter pori dalam kisaran 2–50 nm, merupakan salah satu kategori utama material 'nanoporous', yang dirancang sebagai material kerangka padat kontinu yang memiliki rongga. Metodologi paling umum untuk sintesis silika mesopori dengan menggunakan alkilamonium kuarterner (misalnya CTAB) sebagai template, dalam kondisi basa atau menggunakan kopolimer (Pal et al., 2020). Nanosilika juga digunakan dalam industri minyak untuk berbagai tujuan seperti *drag* pengurangan media berpori, stabilitas busa dan emulsi dalam *Enhanced Oil Recovery* (EOR), *water invasion* di dalam *shale*, kontrol filtrasi di cairan dan kontrol reologi dalam cairan (Thakkar et al., 2020).

Salah satu faktor yang mempengaruhi proses sintesis terhadap luas permukaan silika adalah asam. Fungsi perlakuan asam, termasuk sulfat (H_2SO_4), klorida (HCl), sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), dan asam oksalat ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) mempengaruhi pada luas permukaan yang terbentuk. Pada sintesis silika dengan asam sitrat area permukaan mencapai titik minimum, jika menggunakan asam sulfat dan asam oksalat luas permukaan meningkat, luas permukaan maksimum silika diperoleh dengan menggunakan asam klorida.

Beberapa penelitian terdahulu telah berhasil mensintesis silika dengan berbagai sumber silika yang digunakan. Penelitian yang dilakukan oleh (Dafnaz et al., 2022) dengan judul Pengaruh Penambahan *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB) pada Silika dari Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dengan variabel massa CTAB 0,1;0,15;0,2;0,25;0,3 gram dan nilai pH 1;2;3 dengan waktu aging selama 16 jam dan didapatkan kondisi optimum pada pH 1 dan massa CTAB 0,1 didapatkan ukuran partikel terkecil. Pengaruh pH mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan, dimana semakin kecil nilai pH maka meningkatkan kemampuan agregasi partikel silika sehingga ukuran partikel akan semakin kecil pula (Qomariyah et al., 2018).

Oleh karena itu, pada penelitian ini menggunakan metode kopresipitasi untuk mengetahui pengaruh pH terhadap ukuran partikel silika yang dihasilkan dengan penambahan CTAB sebagai template pembentuk pori *nanopartikel mesoporous*. Kelebihan dari metode kopresipitasi adalah kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran, dan morfologi yang dihasilkan lebih homogen. Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel, karakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi silika, dan karakterisasi SEM untuk mengetahui ukuran partikel silika.

II. METODE

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah Abu vulkanik yang diperoleh dari Gunung Kelud, Akuades, NaOH 1M SAP Indonesia, HCl 2M (37%) SAP Indonesia, dan *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromida* (CTAB) Sigma-Aldrich.

2.2 Prosedur

2.2.1 Preparasi Bahan Baku

Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan massa 30 gram dilakukan pengayakan pada ukuran 100 mesh. Setelah itu, dilakukan perendaman menggunakan larutan asam klorida (HCl) dengan volume 900 ml dan dipanaskan pada suhu 40°C serta diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 rpm selama 60 menit, lalu didiamkan selama 24 jam. Tujuannya adalah untuk menghilangkan kandungan besi dan Ti yang ada pada sampel pasir abu vulkanik.

2.2.2 Sintesis Silika

Tahap pertama, sampel dilakukan penyaringan serta dicuci menggunakan *aquadest* hingga pH netral. Setelah itu, dilakukan pengeringan untuk menghilangkan kandungan air yang menempel pada sampel menggunakan oven selama 60 menit dengan suhu 120°C.

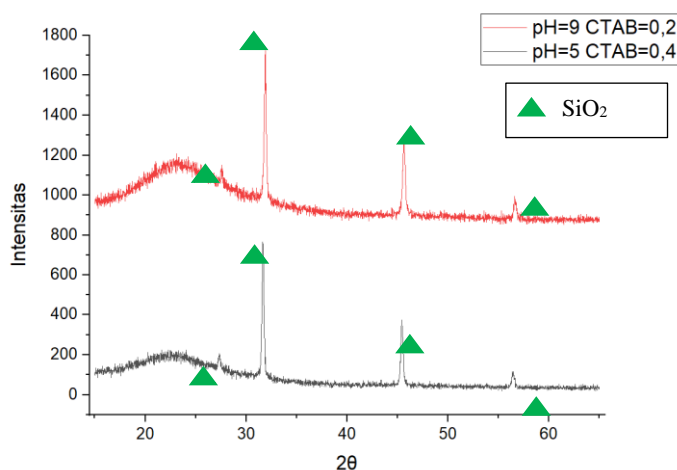
Tahap kedua, sampel direaksikan dengan Natrium Hidroksida (NaOH) dengan konsentrasi 1M, serta dilakukan pengadukan dan pemanasan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 rpm dan suhu 100°C hingga menghasilkan selama 180 menit. Setelah timbul kerak ditambahkan *aquadest* dengan volume 250 ml dan dilakukan proses *aging* selama 18 jam.

Tahap ketiga, sampel dilakukan penyaringan untuk memperoleh filtrat. Kemudian, dilakukan proses titrasi menggunakan Asam Klorida pekat sebagai titran, proses titrasi dilakukan secara perlahan – lahan menggunakan buret hingga terbentuk gel berwarna putih dengan mengontrol variasi pH 3,5, dan 9. Setelah itu, sampel dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 menit pada kecepatan 300 rpm, serta ditambahkan template *Cetyl Trymethyl Ammonium Bromide* (CTAB) dengan variasi massa (gram) 0,1; 0,2; 0,3; dan 0,4.

Tahap terakhir, sampel dilakukan pencucian menggunakan *aquadest* hingga pH netral yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan garam dalam sampel. Proses penetralan dilakukan dengan cara gel yang diperoleh ditambahkan *aquadest* dengan cara *di-spray* menggunakan *spray gun* pada *beaker glass* yang telah dipanaskan. Setelah itu, gel disaring dan dilakukan pengeringan menggunakan oven selama 60 menit dengan suhu 120 °C, lalu akan diperoleh serbuk silika.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Karakterisasi XRD

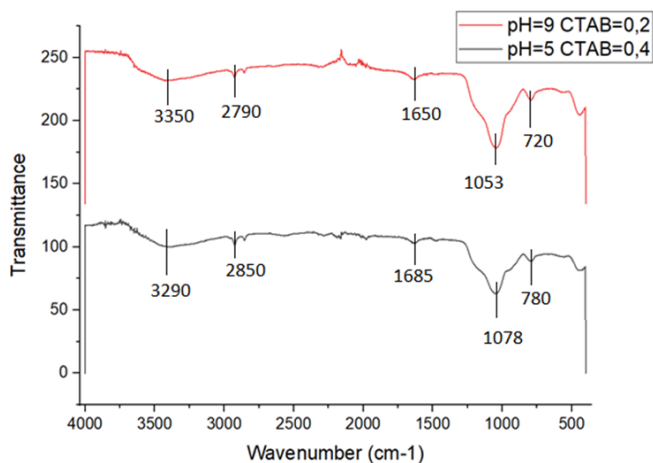


Gambar 1 Representatif pola XRD Silika dengan Variasi pH dan CTAB

Gambar 1. menunjukkan pola XRD dari sampel silika yang telah dihasilkan dari Abu Vulkanik Gunung Kelud. Menurut (Vansant et al., 1995) puncak silika berada pada 26°, 27°, 32°, 56°. Berdasarkan hasil uji, struktur kristal yang terbentuk adalah heksagonal dengan puncak tertinggi berada pada sudut 2θ 31,6743° dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) sebesar 0,1840. Silika memiliki puncak melebar pada 2θ 20-25° yang menunjukkan struktur amorf (kristalinitas yang rendah). Tampak bahwa fasa *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB) memiliki struktur amorf sehingga tidak merubah puncak – puncak difraksi silika, yaitu berada pada 27°, 31°, 46°, 56°. Penambahan template *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB) dengan berbagai konsentrasi yang berbeda-beda dapat

menghasilkan silika yang berbeda ukuran. Penggunaan template diharapkan dapat meningkatkan pori-pori partikel sekaligus membentuk struktur pori menjadi lebih seragam (Cejka, J., Bekkum, 2005).

3.2 Karakterisasi FTIR



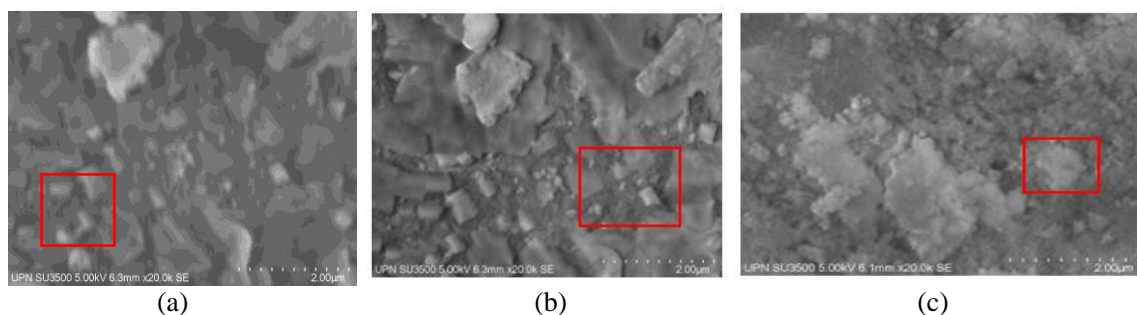
Gambar 2 Representatif pola FTIR Silika dengan Variasi pH dan CTAB

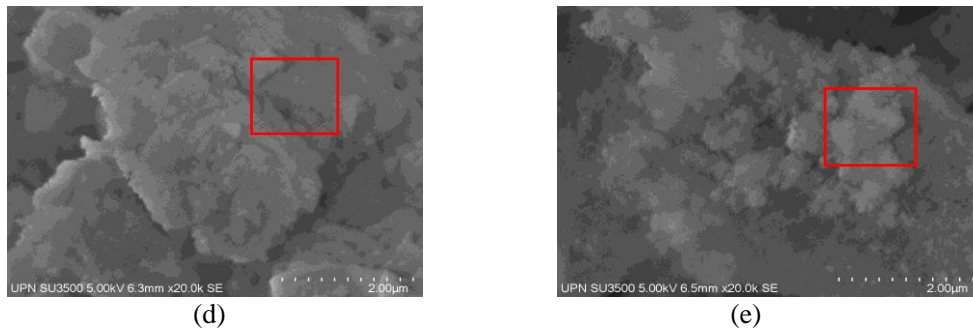
Gambar 2. menunjukkan grafik hasil uji FTIR Silika (SiO_2) dengan variasi pH dan massa CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) menghasilkan 5 gugus fungsi. Gugus fungsi pertama, yaitu Si – OH dengan panjang gelombang berada pada rentang 3120 – 3450 cm^{-1} . Gugus fungsi kedua, yaitu Si – C dengan panjang gelombang berada pada rentang 2700 – 2980 cm^{-1} . Gugus fungsi ketiga, yaitu -OH dengan panjang gelombang berada pada rentang 1600 – 1700 cm^{-1} . Gugus fungsi keempat, yaitu Si – O – Si dengan panjang gelombang berada pada rentang 1000 – 1115 cm^{-1} . Gugus fungsi kelima, yaitu Si – O – Na dengan panjang gelombang berada pada rentang 420 – 800 cm^{-1} . Keberhasilan dalam sintesis *nanosilika* ditunjukkan dengan adanya ikatan hidrogen yang dihasilkan dari interaksi antara gugus silanol (Si-OH) yang terletak pada permukaan bahan *nanosilika*. Selanjutnya, teridentifikasi juga gugus fungsi -OH yang menunjukkan masih adanya senyawa H_2O yang mengikat air kristal, sehingga perlu dilakukan pemanasan untuk memurnikan *silika*. Keberadaan gugus fungsi Si-O-Si menunjukkan adanya kandungan silika pada Abu Vulkanik Gunung Kelud. Serta, terdapat gugus fungsi Si – O – Na, dimana senyawa natrium silikat disintesis dari NaOH, sehingga kemurnian *silika* akan mempengaruhi tingkat kemurnian dari *natrium silikat* yang didapatkan.

Jika dibandingkan dengan hasil uji FTIR hampir berhasil dengan data yang ada sesuai eksperimen yang dilakukan dikarenakan masih terdapat beberapa faktor penyebab kurangnya akurat dari hasil eksperimen antara lain pencucian gel silika sehingga masih ada garam yang tertinggal, waktu *aging*, dan lain-lain.

3.3 Karakterisasi SEM

Pada penelitian dilakukan uji SEM pada *nanosilika* untuk mengetahui morfologi dan ukuran pada sampel.





Gambar 3 (a) Hasil SEM pada pH 3 dan CTAB 0,1 gram (b) Hasil SEM pada pH 3 dan CTAB 0,3 gram (c) Hasil SEM pada pH 5 dan CTAB 0,2 gram (d) Hasil SEM pada pH 5 dan CTAB 0,4 gram (e) Hasil SEM pada pH 9 dan CTAB 0,2 gram

Berdasarkan Gambar 3 (a) - (e). menunjukkan morfologi dari partikel *silika* yang telah ditambahkan *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB) yang bervariasi, CTAB berfungsi untuk meningkatkan pori-pori partikel sekaligus membentuk struktur pori menjadi lebih seragam dengan kecenderungan silika yang dihasilkan berbentuk amorf dengan rata-rata ukuran 27,3174 nm - 103,5214 nm. Pada Gambar 3 (a) - (e) menunjukkan terjadinya aglomerasi partikel yang disebabkan oleh CTAB yang belum hilang. Proses untuk menghilangkan template CTAB yang masih menempel pada silika adalah dengan cara pemanasan menggunakan *furnace* pada suhu 250°C. Selain itu, berdasarkan hasil analisa SEM dengan pereaksi asam klorida memiliki permukaan yang halus dan luas permukaan maksimum. Penggunaan asam *anorganik* dapat menghasilkan garam-garam anorganik yang berukuran kecil sehingga saat pencucian sulit untuk lepas dari matriks silika. Hal tersebut menyebabkan konsentrasi pada silika rendah karena tingginya unsur Natrium (Na). Menurut (Ahmed A. Moosa, 2017), menyatakan bahwa diameter nanopartikel silika yang diproduksi secara kimia dipengaruhi oleh dua parameter penting, yaitu waktu pencampuran silika dengan NaOH dan waktu pengeringan.

Tabel 1 Ukuran Partikel Silika

pH	CTAB (<i>Cetyl trimethyl ammonium Bromide</i>)	Ukuran Partikel (nm)
3	0,1	27,3174
3	0,3	31,2354
5	0,2	50,6547
5	0,4	57,5771
9	0,2	103,5214

Berdasarkan Tabel 1. dapat diketahui bahwa semakin tinggi pH maka ukuran partikel silika semakin besar, begitu juga sebaliknya semakin kecil pH maka semakin kecil ukuran partikel silika. Semakin naik pH maka akan semakin meningkatkan kemampuan agregasi partikel silika sehingga membentuk partikel yang lebih besar. Hal tersebut terjadi karena semakin tinggi konsentrasi silika dan pH semakin besar diameter partikel silika yang dihasilkan. Semakin besar ukuran partikel silika menyebabkan semakin kecil pula luas permukaan partikel. Berdasarkan Tabel 1. menunjukkan hasil bahwa pH sangat mempengaruhi ukuran partikel silika

IV. KESIMPULAN

Penelitian yang dilakukan telah membuktikan keberhasilan sintesis silika dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan metode kopesipitasi terkait pengaruh penambahan variasi pH dan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*). Hasil sintesis silika dilakukan analisis XRD, SEM, dan FTIR untuk mengetahui fase, morfologi pada sampel, dan gugus fungsi. Pada analisis XRD diperoleh hasil silika dengan fase amorf yang lebih dominan. Pada analisis SEM terhadap silika (SiO_2) menunjukkan morfologi permukaan pada sampel, dimana silika (SiO_2) memiliki bentuk mesoporous. Hasil dari penelitian ini didapatkan ukuran partikel silika terkecil yaitu 27,3174 Nm, sedangkan yang terbesar yaitu 103,5214. pH dan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) berpengaruh terhadap struktur kristal

dan ukuran partikel silika yang didapatkan. Pada analisis FTIR didapatkan gugus fungsi Si-OH yang menandakan keberhasilan terbentuknya silika.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmed A. Moosa, B. F. S. (2017). Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk with Applications to Polymer Composites. *American Journal of Materials Science*, 2017(6), 223–231. <https://doi.org/10.5923/j.materials.20170706.01>
- Azzahra, A. N., Yusefin, E. S., Salima, G., Mudita, M. M. W. M., Febriani, N. A., & Nandiyanto, A. B. D. (2020). Original Paper Review: Synthesis of Nanosilica Materials from Various Sources Using Various Methods Keywords. *J. Appl. Sci. Envir. Stud*, 3(4), 254–278. <http://revues.imist.ma/index.php?journal=jases>
- Cejka, J., Bekkum, H. V. (2005). *Zeolites and Ordered Mesoporous Materials: Progress and Prospects* (1st editio). Elsevier.
- Dafnaz, H. R., Oktavia, B., Hardeli, H., & Nizar, U. K. (2022). Pengaruh Penambahan Cetyltrimethylammonium Bromide (CTAB) pada Silika dari Natrium Silikat (Na₂SiO₃). *Jurnal Periodic Jurusan Kimia UNP*, 11(1), 102. <https://doi.org/10.24036/p.v11i1.113765>
- Pal, N., Lee, J. H., & Cho, E. B. (2020). Recent trends in morphology-controlled synthesis and application of mesoporous silica nanoparticles. *Nanomaterials*, 10(11), 1–38. <https://doi.org/10.3390/nano10112122>
- Qomariyah, L., Sasmita, F. N., Novaldi, H. R., Widiyastuti, W., & Winardi, S. (2018). Preparation of Stable Colloidal Silica with Controlled Size Nano Spheres from Sodium Silicate Solution. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 395(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/395/1/012017>
- Rakhmawaty, D., Rostika, A., & Janati, D. (2016). Sintesis Silika Metode Sol-Gel Sebagai Penyangga Fotokatalis TiO₂ Terhadap Penurunan Kadar Kromium dan Besi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 17(2), 82–89.
- Ramadhanty, D., Reksatama, K. A., & Kurniawati, E. (2021). Sintesa Dan Karakteristik Adsorben Berbahan Baku Abu Vulkanik. *ChemPro*, 2(02), 52–56. <https://doi.org/10.33005/chempro.v2i02.116>
- Thakkar, A., Raval, A., Chandra, S., Shah, M., & Sircar, A. (2020). A comprehensive review of the application of nano-silica in oil well cementing. *Petroleum*, 6(2), 123–129. <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2019.06.005>
- Vansant, P., Voort, V. D., & Vrancken, K. C. (1995). *Characterization and Chemical Modification of the Silica Surface*. Elsevier B.V.