

Pengaruh Variasi HCl Pada Pemurnian Silika Berbasis Batu Apung

Jayanti Pusvitasari^{(1)*}, Posman Manurung⁽¹⁾, Pulung Karo-Karo⁽¹⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung
Bandar Lampung 35145

*E-mail:jayanti.p023@gmail.com

Diterima (17 Oktober 2017), Direvisi (3 November 2017)

Abstract. Silica from pumice natural rock was extracted by varying HCl of 1M and 2M. Firstly, pumice was heated to 400°C for 4 hours to activate the component of material. Three steps were used in obtaining pure silica. Silica extraction by using NaOH, silica titration by using H₂SO₄, and purification silica with HCl. The purified powder was calcined at 800°C. The characterization of XRD (X-Ray Diffraction) and SEM-EDS (Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry) were performed for samples after and before purification to know the phase structure and microstructure and pumice powder content. The XRD results was show diffraction pattern of the amorphous shaped SiO₂ with some crystalline peaks is an other oxide compound than SiO₂ for the starting material, and an anorite crystal phase in the HCl 1M and 2M variations. This is confirmed by EDS results what showing the silica content has the highest percentage of 65.88% for the raw material, 67.83% for HCL 1M and 69.63% for HCl 2M variation after purification. While the SEM results identified the microstructure for the raw material has a clear but not entirely homogeneous that is the identification of the sample in an amorphous state, whereas the sample after purification of the microstructural result shows non-homogeneous grain size, unclear grain boundary boundaries and an algomeration (agglomeration) which is also the identification of the sample in an amorphous state.

Keywords : pumice, silica, purification, and microstructure.

Abstrak. Telah dilakukan karakterisasi dan analisis mengenai sumber silika dari batuan alam batu apung dengan metode ekstraksi dan divariasikan HCl 1M dan 2M. Sampel berupa batu apung dipreparasi hingga berbentuk bubuk batu apung dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam. Digunakan tiga tahapan dalam mendapatkan silika murni yakni ekstraksi silika menggunakan NaOH, titrasi silika menggunakan H₂SO₄, dan pemurnian silika dengan HCl. Serbuk hasil pemurnian dikalsinasi pada suhu 800°C. Dilakukan karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction) dan SEM-EDS (Scanning Elektron Microscopy - Energy Dispersive Spectrometry) untuk sampel setelah dan sebelum pemurnian untuk mengetahui struktur fasa dan mikrostruktur serta kandungan serbuk batu apung. Pola difraksi hasil XRD berbentuk amorf yang terdominasi oleh SiO₂ dengan beberapa puncak kristal merupakan senyawa oksida selain SiO₂ untuk material awal dan fasa kristal anorit pada variasi HCl 1M dan 2M. Hal ini terkonfirmasi dengan hasil EDS yang menunjukkan kandungan silika memiliki persentase tertinggi yaitu 65,88% untuk material awal, 67,83% untuk variasi HCL 1M dan 69,63% untuk variasi HCl 2M setelah pemurnian. Sedangkan hasil SEM teridentifikasi mikrostruktur untuk material awal memiliki batas antar butir yang jelas dan tidak sepenuhnya homogen yang merupakan indentifikasi sampel dalam keadaan amorf, sedangkan sampel setelah pemurnian hasil mikrostruktur terlihat ukuran butir yang tidak homogen, batas antar butir yang tidak jelas dan terjadi algomerasi (penggumpalan) yang juga merupakan indentifikasi sampel dalam keadaan amorf.

Kata kunci: batu apung, silika, pemurnian, dan mikrostruktur.

PENDAHULUAN

Saat gunung berapi meletus menumpahkan lava dan bertemu dengan suhu yang lebih rendah maka akan

terbentuk beberapa batuan dari proses tersebut, salah satu batuan yang akan terbentuk dari kejadian tersebut adalah batu apung. Pada prosesnya batu apung terbentuk ketika lava panas dari dalam bumi

meluap keluar dan bertemu dengan udara bebas kemudian akan membeku dengan cepat [1]. Batu apung merupakan lava berbuih terpadatkan yang tersusun atas piroklastik kaca yang amat mikrovessikuler dengan dinding batuan beku gunung berapi ekstrusif yang bergelembung, amat tipis dan tembus cahaya dan merupakan produk umum letusan gunung berapi dan umumnya berbentuk zona-zona di bagian atas lava silikat [2].

Batu apung memiliki banyak karakteristik berbeda seperti porositas tinggi (volume pori hingga 85%), kepadatan rendah, luas permukaan spesifik yang besar, inersia kimia dan batu apung merupakan material yang ramah lingkungan [3]. Dalam beberapa penelitian yang dilakukan oleh Ersoy [4] terdapat beberapa kandungan dalam batu apung yakni seperti Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O , K_2O , MgO , LOI dan SiO_2 , dengan persentase SiO_2 paling tinggi yakni 59,00%. Selain itu juga didapatkan besar kandungan SiO_2 sebesar 66.34% dan Al_2O_3 sebesar 23.32% pada batu apung setelah proses ekstraksi [5].

Silika secara alami terkandung dalam pasir, kerikil, dan batu-batuan. Senyawa ini merupakan bahan baku untuk memproduksi gelas dan keramik. Silika adalah senyawa oksida yang sangat melimpah ketersediaannya di alam. Senyawa ini terdapat dalam bentuk amorf (tak beraturan) atau polimerfisme kristal (bentuk kristal yang berbeda-beda) [6]. Silika memiliki sifat hidrofilik (dapat menyerap air) atau hidrofobik (tidak dapat menyerap air) sesuai dengan struktur atau morfologinya serta silika juga bersifat inert dan transparan [7]. Selain itu juga bersifat non konduktor, memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan degradasi thermal yang baik [8].

Selain dalam produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak sayur melalui proses pemucatan, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, sebagai fase dan

deterjen, sebagai fase diam dalam kolom kromatografi, bahan pengisi (filter) polimer dan sebagai adsorben [7].

Terdapat beberapa cara yang mampu digunakan untuk mendapatkan silika murni pada batu apung salah satunya adalah metode ekstraksi. Prinsip dasar ekstraksi yakni dengan melarutkan senyawa polar dalam pelarut polar dan senyawa non-polar dalam pelarut non-polar. Serbuk simplisia atau bahan yang belum mengalami pengolahan apapun yang kemudian diekstraksi berturut-turut dengan pelarut yang berbeda polaritasnya. Kondisi proses ekstraksi yang meliputi suhu, konsentrasi larutan pelarut, waktu ekstraksi, dan pengadukan merupakan faktor yang sangat mempengaruhi keberhasilan proses ekstraksi [9].

Berdasar pada penelitian yang telah dilakukan Gaggino, Sepehr serta beberapa peneliti lain dan memperoleh hasil silika pada batu apung yang cukup tinggi juga cukup banyaknya batu apung di pinggiran sekitar pantai Pasir Putih Lampung Selatan maka dilakukan penelitian ini untuk mengekstrak silika dari batu apung hingga tahap pemurnian silika menggunakan metode ekstraksi. Kemudian dilakukan karakterisasi sampel dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat struktur fasa silika yang terbentuk, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui mikrostruktur dan kandungan pada batu apung.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni batu apung (*pumice*) asal Pantai Pasir Putih Lampung Selatan, NaOH 99% merk Merck, H_2SO_4 98% merk JT Baker, HCl 36-38% merk JT Baker, dan aquabides. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: mortar, pemutar magnet serta batang magnet, timbangan digital,

oven, tungku pemanas, kertas saring, kertas lakmus, pipet mikro, beberapa jenis glass kimia. Sedangkan untuk karakterisasi menggunakan alat XRD merk Panalytical Empyrean, dan SEM yang dilengkapi EDS dengan merk HITACHI seri SU3500 (Jepang).

Terdapat empat tahapan dalam mengekstrak silika murni, yaitu preparasi, ekstraksi, titrasi dan pemurnian. Proses preparasi dimulai dengan mencuci batu apung yang telah disiapkan dengan menggunakan aquabides dengan beberapa kali pencucian hingga berwarna *grey*, kemudian dihancurkan hingga berukuran kurang lebih sebesar pasir atau krikil kecil, kembali di cuci dengan aquabides hingga air cucian jernih dan dikeringkannya pada temperatur 80-100°C dalam waktu semalam. Setelah itu, batu apung yang telah kering digerus menggunakan mortar. Serbuk hasil penggerusan disaring menggunakan ayakan 45 μm , kemudian dicuci dengan aquabides. Setelah serbuk selesai dicuci lalu dipanaskan pada temperatur 400°C selama 4 jam. Terakhir adalah menyiapkan serbuk batu apung hasil preparasi sekitar 200 gram sebagai sampel yang akan diekstraksi.

Proses ekstraksi yang melibatkan bahan kimia tambahan yakni NaOH, dengan mencampurkan 10 gr bubuk batu apung dengan 500 ml larutan NaOH 3M dan distir dengan kecepatan kurang lebih 300 rpm selama 24 jam pada suhu 100°C. Setelah semalaman, sampel dicuci menggunakan air destilasi hangat sebanyak 100 ml, hasil ekstraksi sampel setelah pencucian masih dalam keadaan basa sedangkan untuk membentuk gel dari sampel dibutuhkan keadaan asam, untuk mendapatkan keadaan asam dilakukan tahap titrasi dengan bantuan larutan H_2SO_4 .

Proses titrasi dilakukan dengan cara meneteskan beberapa tetes larutan (kurang lebih 0,5 ml) H_2SO_4 5M kedalam sampel sambil distir kuat hingga keadaan sampel

menjadi asam atau $\text{pH} \leq 7$ pengukuran pH menggunakan kertas lakmus. Sampel dengan $\text{pH} \leq 7$ didiamkan pada temperatur kamar selama 24 jam dan dilakukan pencucian dengan air destilasi sebanyak 100 ml dan pengeringan sampel pada suhu 80°C yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor dalam sampel.

Tahap terakhir pemurnian sampel menggunakan larutan HCl. Pada tahapan pemurnian sampel, dilakukan dua variasi volume larutan HCl yakni 150 ml dan 300 ml, serbuk kering hasil titrasi dicampurkan kedalam larutan HCl dan distir kuat pada suhu 110°C, selama 3 jam dan dilakukan pencucian dengan 150 ml air destilasi dan pengeringan pada suhu 110°C semalaman atau 12 jam setelah proses pemurnian. Sebelum dilakukan uji karakterisasi XRD dan SEM-EDS sampel dikalsinasi pada suhu 800°C dengan waktu penahanan sampel selama 3 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisis XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada sampel sebelum ekstraksi (sampel 1) dan setelah pemurnian dengan variasi HCl 1M (sampel 2) dan variasi HCl 2M (sampel 3). Sampel 1 merupakan sampel hasil preparasi batu apung hingga menjadi serbuk dan dikalsinasi pada suhu 400°C dengan waktu penahanan selama 4 jam. Sedangkan sampel 2 adalah sampel yang diperoleh setelah proses ekstraksi, titrasi dan pemurnian dengan variasi HCl 1M dan 2M dengan kalsinasi pada suhu 800 °C selama 3 jam. Hasil dari analisis pola XRD ketiga sampel ditunjukkan pada **Gambar 1**. Berdasarkan gambar tersebut terlihat bentuk difraktogram dari ketiga sampel berbentuk seperti punuk pada 2θ sebesar 20° hingga 40° hal itu menandakan kehadiran silika yang masih amorf [5]. Selain itu ada puncak-puncak yang hadir

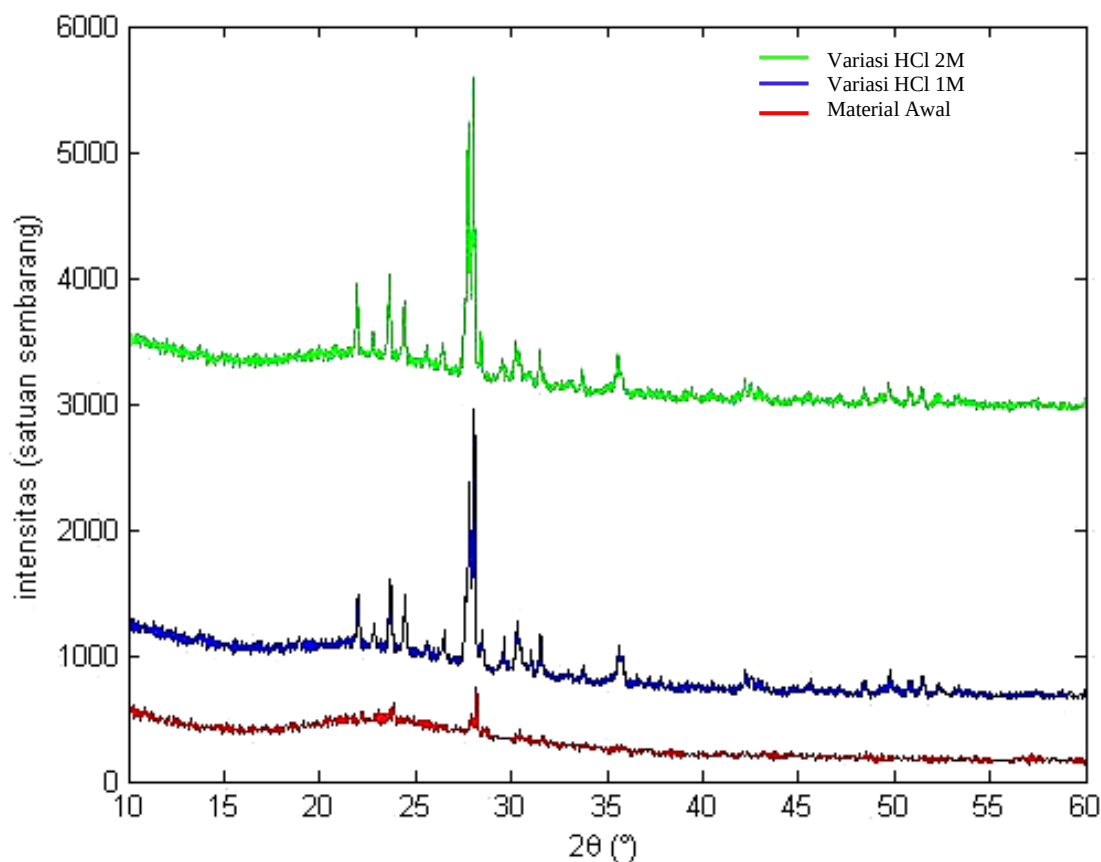
pada ketiga sampel. Kehadiran puncak-puncak tersebut diduga akibat belum sempurnanya penghilangan fasa campuran dari batu apung.

Berdasarkan analisis pencocokan difraktogram antara data XRD dan pangkalan data (PCPDFWIN 1997), fasa lain yang ada dalam sampel yaitu pada sampel 1 teramati fasa Fe_2O_3 (No PDF 39-1346) berada pada 2θ sebesar $23,84^\circ$. Kemudian teramati pula fasa Na_2O (No PDF 03-1074) berada pada 2θ sebesar $28,18^\circ$. Sedangkan dari hasil analisis sampel 2 dan 3 teramati adanya fasa tunggal $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ atau biasa disebut kristal anortit (No PDF 41-1486) dengan puncak difraktogram tertinggi berada pada 2θ sebesar $28,07^\circ$ dan $28,02^\circ$.

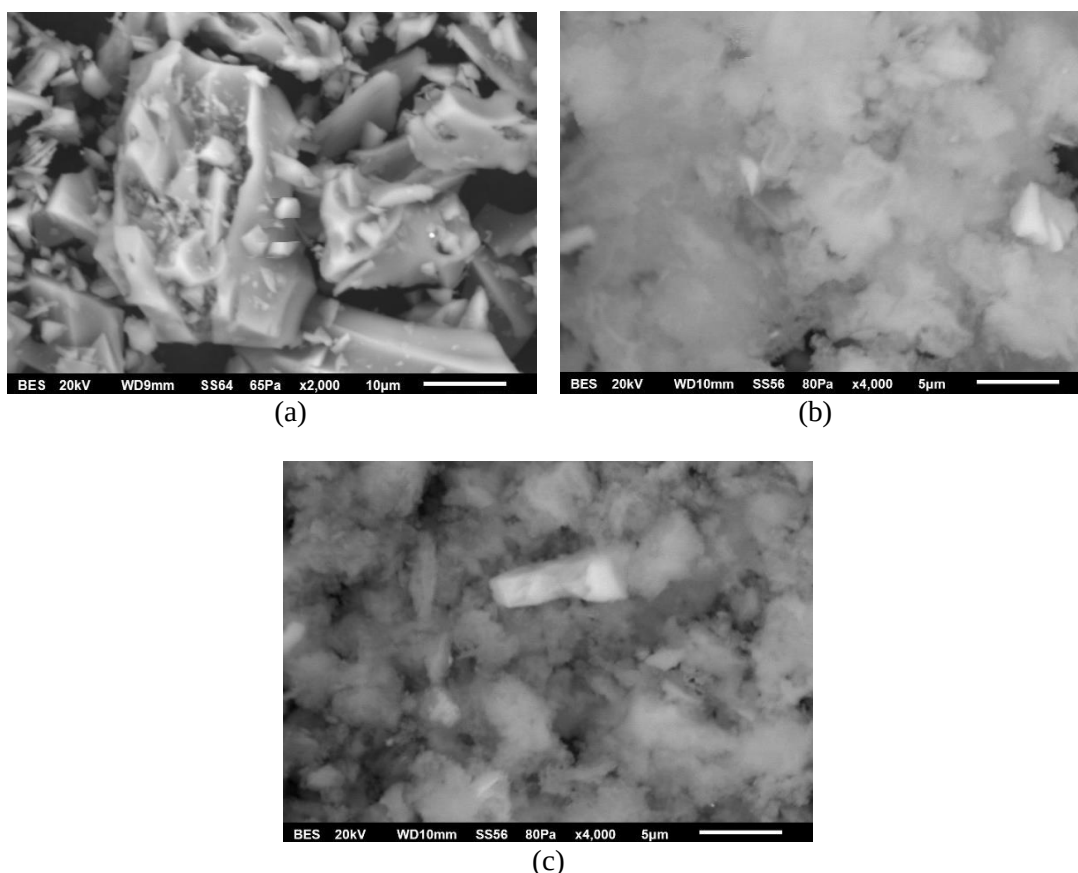
Hasil Analisis SEM-EDS

Berdasarkan hasil foto SEM (**Gambar 2**), menunjukkan mikrostruktur dari permukaan sampel 1, 2, dan 3. Mikrostruktur yang dihasilkan untuk sampel 1 menunjukkan ukuran butir yang lebih homogen dengan bentuk bermacam-macam dan batas antar butirnya cukup jelas. Hal ini diduga karena sampel dikalsinasi pada temperatur yang relatif rendah, yaitu 450°C . Selain itu ukuran butir yang bervariasi ini menandakan sampel 1 masih dalam keadaan amorf.

Mikrostruktur sampel 2 dan 3 tidak terlalu berbeda yakni menunjukkan adanya aglomerasi dengan kehadiran partikel-partikel kecil dengan ukuran butir yang tidak homogen. Aglomerasi ini dapat muncul sebagai akibat pengaruh kalsinasi pada suhu 800°C dan juga indikator bahwa sampel dalam keadaan amorf.



Gambar 1. Grafik hasil karakterisasi XRD sampel 1



Gambar 2. Hasil karakterisasi SEM. (a) Sampel 1 material awal. (b) Sampel 2 dengan variasi HCl 1M. (c) Sampel 3 dengan variasi HCl 2M.

Dalam analisis SEM ini dilengkapi dengan analisis EDS yang dapat menunjukkan komposisi kimia dari sampel, dan hasilnya ditunjukkan pada **Tabel 1, 2** dan **3**. Dari hasil analisis EDS teridentifikasi unsur-unsur yang terdapat pada ketiga sampel, yakni silikon (Si), aluminium (Al), kalium (K), natrium (Na), besi (Fe), kalsium (Ca), oksigen (O), dan karbon (C). Unsur-unsur tersebut kemudian membentuk senyawa-senyawa oksida seperti SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , CaO , K_2O , dan FeO .

Senyawa-senyawa selain silika masih tetap ada dari sebelum dan setelah dilakukan proses ekstraksi, titrasi dan

pemurnian. Namun senyawa yang mendominasi adalah silika (SiO_2) dengan massa sebesar 65,88% untuk sampel sebelum ekstraksi, titrasi dan pemurnian dan mengalami peningkatan massa menjadi 67,83% untuk sampel 2, dan 69,63% untuk sampel 3 setelah dilakukan proses ekstraksi, titrasi dan pemurnian.

Pada ketiga hasil uji tersebut terlihat adanya unsur karbon (C) dalam sampel. Hal ini diduga sebagai akibat faktor penanganan yang kurang sempurna, serta ikut meluruhnya pembungkus batang magnet pengaduk yang berbahan dasar teflon (C_2F_4).

Tabel 1. Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel 1

Unsur	(keV)	%Massa	Senyawa	%Massa
C	0,277	9,95	C	9,95
O		43,96		
Na	1,041	3,55	Na ₂ O	4,78
Al	1,486	7,13	Al ₂ O ₃	13,47
Si	1,739	30,79	SiO ₂	65,88
K	3,312	1,80	K ₂ O	2,17
Ca	3,690	1,14	CaO	1,60
Fe	6,398	1,67	FeO	2,15
Total		100,00		100,00

Tabel 2. Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel 2

Unsur	(keV)	%Massa	Senyawa	%Massa
C	0,277	43,96	C	30,96
O		29,77		
Al	1,486	0,64	Al ₂ O ₃	1,21
Si	1,739	25,63	SiO ₂	67,83
Total		100,00		100,00

Tabel 3. Hasil analisis kuantitatif senyawa oksida sampel 3

Unsur	(keV)	%Massa	Senyawa	%Massa
C	0,277	27,07	C	27,07
O		38,47		
Al	1,486	1,26	Al ₂ O ₃	2,39
Si	1,739	32,55	SiO ₂	69,63
Ca	3,690	0,65	CaO	0,91
Total		100,00		100,00

Pada **Tabel 1** dan **2** jelas terlihat kenaikan komposisi silika diiringi oleh pengurangan komposisi senyawa-senyawa lain. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses ekstraksi yang dilakukan telah berhasil meningkatkan silika meskipun masih kurang sempurna. Namun pada **Tabel 3** unsur Ca yang telah hilang pada **Tabel 2** kembali muncul, hal ini dikarenakan perendaman pada batu apung akan meningkatkan kadar Ca dan Si. Hal ini karena senyawa logam akan bereaksi dengan HCl dan ikut terekstrak, sehingga susunan unsur-unsur dan persenyawaan dalam batu apung mengalami perubahan yang meningkatkan kadar Ca dan Si [10]. Dari **Tabel 2** dan **3** seandainya komponen unsur karbon (C) tidak diperhitungkan,

maka silika pada sampel 2 menjadi $67,83 + 30,96 = 98,79\%$ dan sampel 3 menjadi $69,63 + 27,07 = 96,69\%$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan dapat disimpulkan struktur fasa yang terbentuk pada sampel 1, 2, dan 3 merupakan fasa silika amorf meskipun muncul fasa kristal Fe₂O₃, Na₂O, dan CaAl₂Si₂O₈. Sedangkan mikrostruktur yang dihasilkan pada sampel 1 terlihat ukuran butir yang jelas namun tidak homogen, pada sampel 2 dan 3 terlihat aglomerasi dan ukuran butir yang tidak jelas yang merupakan sampel dalam keadaan amorf. Hasil EDS menunjukkan batu apung mengandung senyawa oksida

berupa SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , CaO , K_2O , dan FeO , dimana silika merupakan kandungan yang paling dominan dengan persentase serbuk hasil preparasi sebesar 65,88% dan meningkat setelah melalui proses ekstraksi menjadi 67,83% dan 69,63%. Dari hasil XRD, silika yang diperoleh menunjukkan silika amorf setelah melalui kalsinasi 800°C .

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Organik Universitas Lampung, UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju-BATAN Serpong, Laboratorium Beacukai Jakarta Timur yang telah membantu penyelesaian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Noor, *Pengantar Geologi*. Bogor: CV Graha Ilmu, 2009.
- [2] A. Kumalawati and M. Y., "Analisis Pengaruh Penggunaan Abu Batu Apung Sebagai Pengganti Filler Untuk Campuran Aspal," *J. Tek. Sipil*, vol. II, no. 2, pp. 191–200, 2013.
- [3] E. V. Veliev, T. Öztürk, S. Veli, and A. G. Fatullayev, "Application of Diffusion Model for Adsorption of Azo Reactive Dye on Pumice," *Polish J. Environ. Stud.*, vol. 15, no. 2, pp. 347–353, 2006.
- [4] B. Ersoy, A. Sariisik, S. Dikmen, and G. Sariisik, "Characterization of Acidic Pumice and Determination of Its Electrokinetic Properties in Water," *Powder Technol.*, vol. 197, pp. 129–135, 2010.
- [5] M. N. Sepehr, M. Zarrabi, H. Kazemian, A. Amrane, K. Yaghmaian, and H. R. Ghaffari, "Removal of Hardness Agents, Calcium and Magnesium, by Natural and Alkaline Modified Pumice Stones in Single and Binary Systems," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 274, pp. 295–305, 2013.
- [6] N. Hindryawati and Alimudin, "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH)," *J. Kim. Mulawarman*, vol. 7, no. 2, pp. 75–77, 2010.
- [7] S. Taslimah, Nuryo, and Narsito, "Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol Gel," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 8, no. 1, 2005.
- [8] Hildayati, Triwikantoro, H. Faisal, and Sudirman, "Sintesis dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alami Silika," *Semin. Nas. Pascasarj. IX - ITS*, 2009.
- [9] A. F. Adziimaa, D. D. Risanti, and J. Mawarni, "Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi," *J. Tek. POMITS*, vol. 2, no. 2, pp. 384–389, 2013.
- [10] Zukria, M. Paputungan, and W. J. A. Musa, "Analisis Logam - Logam pada Batu Apung dan Modifikasinya Serta Uji Adsorpsinya pada Larutan Asam Asetat," *J. Saintek*, vol. 6, no. 5, pp. 462–557, 2012.

