

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 1.1 Preparasi Sampel Batu Kecubung

Sampel batu kecubung diperoleh dari Desa Nian, Kecamatan Miomafo Tengah, Kabupaten Timor Tengah Utara (TTU), Nusa Tenggara Timur (NTT) dalam wujud bongkahan batu. Sampel batu kecubung kemudian dicuci dan dikeringkan agar terhindar dari debu dan kotoran yang menempel, kemudian digerus hingga benar-benar halus agar mempermudah proses analisa sampel. Sampel batu kecubung siap dianalisa menggunakan XRF dan XRD untuk mengetahui konsentrasi mineral yang terdapat didalamnya.

##### 1.1.1 Data Hasil Uji XRF

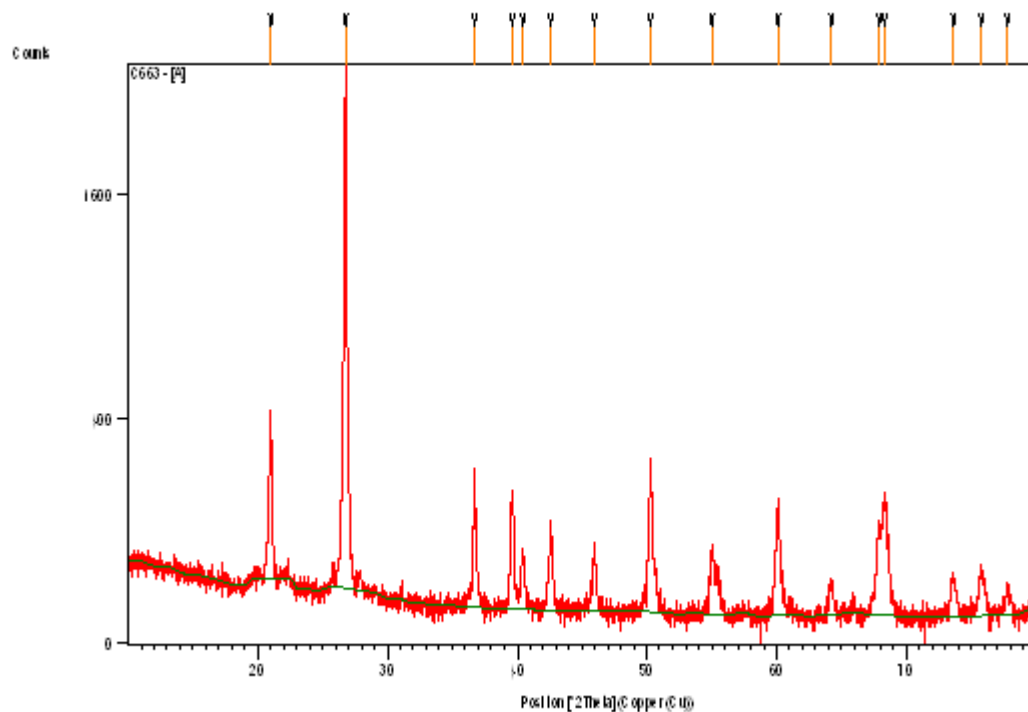
Spektrometer XRF adalah salah satu alat uji yang biasa digunakan untuk menganalisa unsur dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif berguna untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Hasil analisis XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil XRF Sampel Batu Kecubung

Unsur	Si	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Ni	Cu	Ba
Kadar (%)	94,6	1,90	2,09	0,04	0,060	1,08	0,037	0,086	0,10

### 1.1.2 Data Hasil Uji XRD

Identifikasi menggunakan spektroskopi XRD digunakan untuk mengetahui struktur padatan yang dianalisa berupa pola difraksi sesuai dengan tingkat kristalinitas. Pola difraksi yang dianalisa menggunakan XRD pada tahap ini yaitu abu batu kecubung. Berikut merupakan hasil analisis XRD yang dapat dilihat pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Hasil XRD sampel batu kecubung

### 1.2 Penyiapan Abu Batu Kecubung

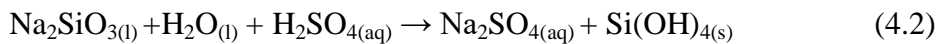
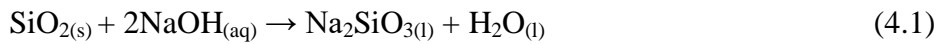
Sampel batu kecubung yang telah digerus dilakukan proses pengabuan dengan tanur pada suhu 700 °C. Warna sampel hasil pengabuan yaitu putih dan hal ini menandakan bahwa proses pengabuan berlangsung sempurna. Abu batu kecubung kemudian diayak menggunakan ayakan 60 mesh. Selanjutnya sampel

yang lolos ayakan 60 mesh dicuci dengan HCl untuk menghilangkan oksida-oksida logam yang ikut terbentuk pada proses pengabuan, seperti oksida logam alkali dan alkali tanah. Abu batu kecubung kemudian dipanaskan dalam oven pada temperatur 100 °C sampai kering untuk menghilangkan kadar air. Abu batu kecubung yang kering itu kemudian digunakan untuk pembuatan natrium silikat.

### **1.3 Pembuatan Natrium Silikat**

Sebanyak 20 g abu batu kecubung ditambah 250 mL larutan NaOH 3 M dalam erlenmeyer bertutup 500 mL, lalu dididihkan pada suhu 120 °C selama 1 jam sambil diaduk dengan magnetik stirer pada kecepatan konstan 60 rpm agar abu batu kecubung tercampur sempurna dengan larutan NaOH dan semua silika dalam batu kecubung dapat terlebur. Peleburan ini bertujuan agar mengubah komponen silika dalam abu batu kecubung menjadi natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Setelah dididihkan, larutan disaring dengan kertas saring whatman 42 agar campuran antara filtrat dan residu terpisah dengan sempurna karena kertas saring whatman 42 memiliki pori yang sangat baik untuk pemisahan antara larutan dan residu. Residu yang didapat dari hasil penyaringan kemudian dicuci secara bertahap dengan 100 mL aquades mendidih. Filtrat didinginkan, kemudian dinetralkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1,0 M sampai terbentuk gel. Penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada filtrat menyebabkan anion silikat berubah menjadi silanol ( $\text{SiH}_3\text{OH}$ ) sehingga ketika silanol bereaksi dengan anion silikat kembali akan membentuk siloksan  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ . Mekanisme ini akan terus berlanjut sampai terbentuk produk berupa

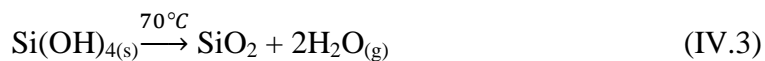
silika gel (Sudiarti, 2013). Menurut Aji, dkk (2017) reaksi pembentukan natrium silikat adalah sebagai berikut:



#### 1.4 Pembuatan Silika Gel dari Abu Batu Kecubung

Gel yang didapat kemudian dikeringkan pada suhu 70 °C dalam oven sampai kering. Pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kandungan air dalam sampel. Hasil dari proses pengeringan adalah silika gel kering yang disebut xerogel. Xerogel merupakan silika gel kering yang dihasilkan dengan mengeringkan fasa cair dalam pori-pori melalui proses evaporasi (Celzard & Mareche, 2002). Silika gel yang diperoleh berwarna putih. Silika gel yang diperoleh kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 60 mesh dan 140 mesh untuk menghomogenkan ukuran partikel dan memperluas permukaan silika gel sehingga didapat silika gel dengan ukuran  $\leq 60$  mesh (Wogo, 2011). Serbuk silika gel yang lolos dari ayakan 60 mesh dan tertahan pada ayakan 140 mesh disimpan dalam desikator.

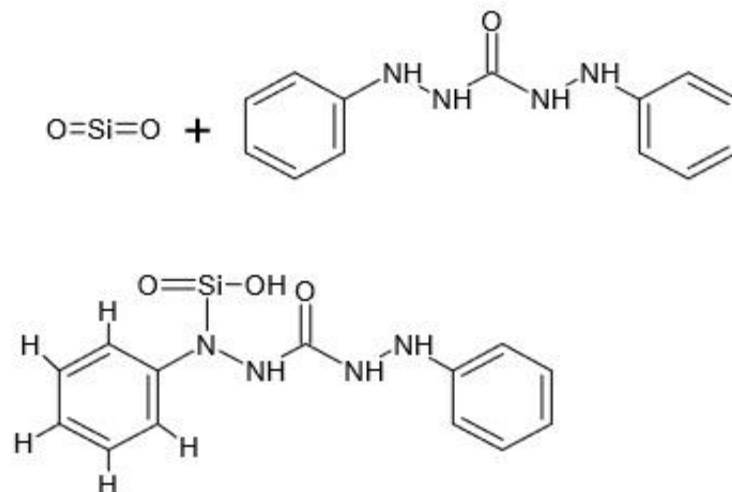
Reaksi pembentukan silika yaitu sebagai berikut:



## 1.5 Modifikasi Silika Gel dari Abu Batu Kecubung dengan Ligan Difenilkarbazida

Sebanyak 0,39 g difenilkarbazida dimasukkan ke dalam campuran 10 mL toluena dan 0,2 mL piridin kemudian diaduk sampai difenilkarbazida larut sempurna. Setelah itu dimasukkan 0,39 gram silika gel dan distiring selama 4 jam lalu disaring. Residu hasil penyaringan dicuci dengan 2,5 ml toluena; 0,1 mL piridin dan 2,5 dietil eter kemudian dikeringkan pada suhu 60 °C. Langkah-langkah ini diulangi dengan variasi perbandingan massa antara silika gel dan difenilkarbazida yaitu 1:2 dan 2:1.

Secara umum reaksi pembentukan modifikasi silika gel dengan ligan difenilkarbazida adalah sebagai berikut:



Massa hasil modifikasi silika gel dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Massa Hasil Modifikasi Silika Gel

Rasio (Silika : Difenilkarbazida)	Massa (gram)
1:2	0,3168
1:1	0,3061
2:1	0,3196

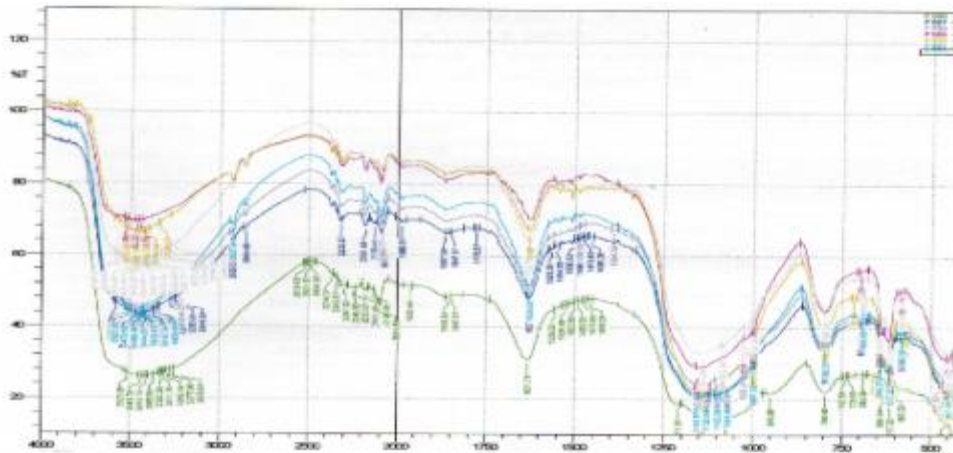
## **1.6 Penentuan Waktu Optimum Modifikasi**

Sebanyak 0,2 g difenilkarbazida dimasukkan ke dalam campuran 5 mL toluena dan 0,1 mL piridin kemudian diaduk sampai difenilkarbazida larut sempurna. Sebanyak 0,1 g silika gel dimasukkan kedalam larutan di atas, kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 2 jam, lalu disaring, dicuci dengan 2,5 mL toluena, 0,05 piridin dan 2,5 ml dietil eter, kemudian dikeringkan pada 60 °C dalam oven. Dengan cara yang sama juga dikerjakan untuk variasi waktu pengadukan selama 2, 4 dan 6 jam. Waktu optimum modifikasi merupakan waktu yang dibutuhkan sehingga modifikasi silika gel dengan ligan mencapai optimum. Jumlah ligan yang terserap pada silika gel dapat diketahui dengan pendekatan kehilangan berat melalui pemanasan Si-ligan pada 550 °C selama 20 menit.

## **1.7 Karakterisasi Gugus Fungsi Adsorben dengan FTIR dan XRD**

### **1.7.1 FTIR**

Modifikasi silika gel dengan ligan difenilkarbazida telah berhasil dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsional. Berikut gambar dan tabel dari hasil analisa menggunakan spektroskopi FTIR:



Gambar 4.2 Spektra Hasil Analisis FTIR

Tabel 4.3 Interpretase Spektra Inframerah

Gugus Fungsi	Range Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Silika Gel	Silika Gel Termodifikasi Difenilkarbazida		
		1:2	1:1	2:1
Vibrasi ≡ Si-O-Si	1.074,35	1.083,99	1.083,99	-
Vibrasi ≡ Si-OH	948,98	997,2	997,2	997,2
Vibrasi ulur OH dari Si-OH	3.369,64	3.349,71	3.402,43	3.446,79
Vibrasi ulur C-H alkane	-	2.854,65	2.927,94	-
Vibrasi gugus -C-C dari CH <sub>2</sub>	1.631,78	1.629,85	1.631,78	-
Vibrasi ulur C-H alkuna	2.139,06	2.181,49	-	-
Vibrasi gugus C-N	2.233,57	-	-	-
Vibrasi gugus C-O	1.074,35	1.083,99	1.083,99	1.138
Vibrasi tekuk C-H aromatic	798,60	798,53	798,53	798,53
Vibrasi C-H alkena	796,6	798,53	798,53	798,53
Vibrasi ulur N-H	3.369,64	3.369,64	3.244,27	3.446,79

Tabel 4.4 Interpretase Spektra Inframerah

Gugus Fungsi	Range Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Silika Gel	Silika Gel Termodifikasi Difenilkarbazida		
		2 jam	4 jam	6 jam
Vibrasi ≡ Si-O-Si	1.074,35	-	1.120,64	1.083,99
Vibrasi ≡ Si-OH	948,98	997,2	997,2	997,2
Vibrasi ulur OH dari Si-OH	3.369,64	3.336,85	3.400,5	3.367,71
Vibrasi ulur C-H alkane	-	-	2.927,94	-
Vibrasi gugus -C-C dari CH <sub>2</sub>	1.631,78	1.629,85	1.629,85	1.631,78
Vibrasi ulur C-H alkuna	2.139,06	-	-	-
Vibrasi gugus C-N	2.233,57	-	-	-
Vibrasi gugus C-O	1.074,35	1.141,86	1.083,99	1.083,99
Vibrasi tekuk C-H aromatic	798,60	798,53	798,53	798,53
Vibrasi C-H alkena	796,6	798,53	798,53	798,53
Vibrasi ulur N-H	3.369,64	3.396,64	3.460,3	3.481,51

Pola spektra absorpsi dari silika gel menunjukkan pita lebar pada puncak dengan bilangan gelombang 3.446, 79  $\text{cm}^{-1}$  merupakan pita absorpsi vibrasi gugus  $\text{-OH}$  pada silanol. Absorpsi pada bilangan gelombang 1.074, 35  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur asimetri dari  $\text{-Si-O}$  pada siloksan. Absorpsi pada bilangan gelombang 948, 98  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur  $\text{Si-O}$  pada silanol. Vibrasi tekuk gugus  $\text{-OH}$  pada silanol ditunjukkan pada bilangan gelombang 1.631, 78  $\text{cm}^{-1}$  dan vibrasi tekuk dari gugus siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) ditunjukkan dengan pita serapan pada bilangan gelombang 420, 48  $\text{cm}^{-1}$ . Secara umum, pita absorpsi yang muncul pada spektra silika gel menunjukkan bahwa gugus-gugus fungsi pada silika gel tersebut adalah silanol atau  $\text{Si-OH}$  dan siloksan atau  $\text{Si-O-Si}$ . Setelah proses modifikasi berhasil, maka pola spektra akan mengalami beberapa perubahan.

Hasil modifikasi dengan ligan difenilkarbazida, jika dibandingkan dengan spektra inframerah silika gel, ternyata beberapa puncak absorpsi tidak timbul pada spektra inframerah modifikasi silika gel. Pita absorpsi yang timbul pada bilangan gelombang sekitar 3.400  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dari silanol, sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 920  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur  $\text{Si-O}$  dari silanol. Adanya pita absorpsi pada bilangan gelombang sekitar 400  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk gugus siloksan atau  $\text{Si-O-Si}$ . Hal ini menunjukkan bahwa pada silika termodifikasi ligan difenilkarbazida masih terdapat gugus silanol dan siloksan.

Puncak spektra yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 2.950-2.850  $\text{cm}^{-1}$  memberikan indikasi adanya vibrasi ulur  $\text{-C-H}$  (Airoldi, dkk., 2001 dan Margolese, dkk., 2000) untuk indikasi adanya vibrasi  $\text{-C-H}$  dari rantai propil. Pita

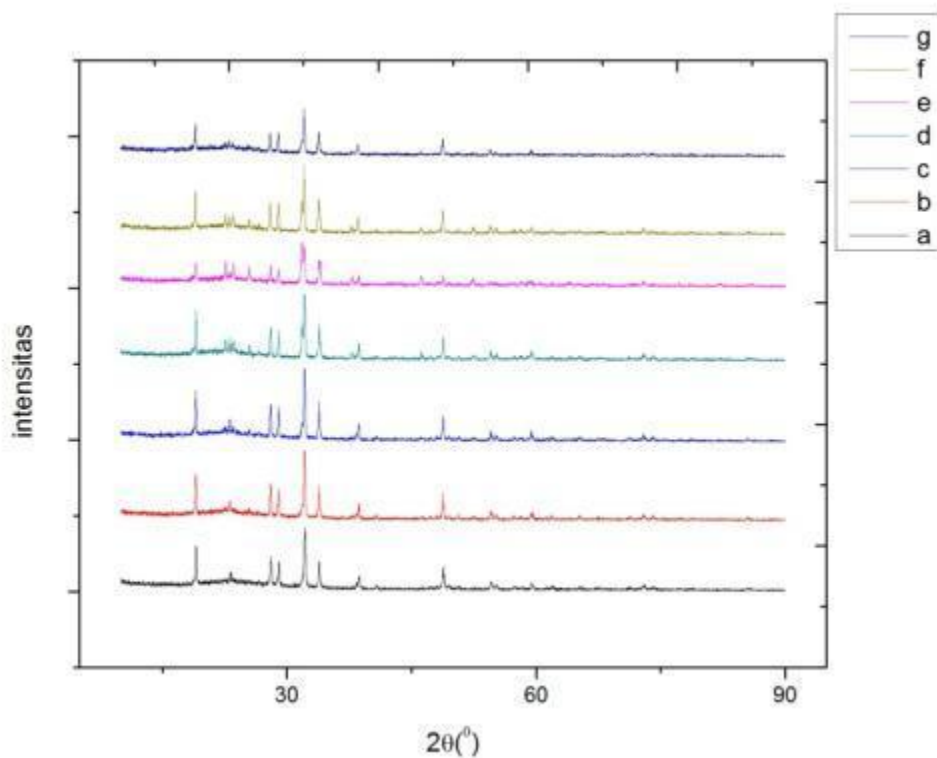


absorpsi pada bilangan gelombang sekitar  $1.400\text{ cm}^{-1}$  merupakan indikasi adanya vibrasi  $\text{-C-C-}$  dari rantai  $\text{CH}_2$  pada gugus propil. Pita absorpsi lemah yang muncul pada bilangan gelombang sekitar  $2.500\text{ cm}^{-1}$  merupakan indikasi adanya gugus  $\text{-SH}$ , karena merupakan frekuensi vibrasi  $\text{-SH}$  (Margolese, dkk., 2000 dan Airoidi, dkk., 2001).

Berdasarkan Tabel IV.3 – Tabel IV.4 dapat dilihat bahwa terdapat perbedaan gugus fungsi pada silika gel dan silika gel termodifikasi khususnya pada perbandingan konsentrasi 1:2 dan 1:1 dengan waktu kontak 4 jam, dimana pada silika gel termodifikasi muncul gugus fungsi baru C-H alkana pada panjang gelombang  $2.850\text{-}2.970\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bahwa proses modifikasi silika gel telah berhasil dilakukan karena terdapat perbedaan struktur antara silika gel dan silika gel termodifikasi.

### **1.7.2 XRD**

Selain dikarakterisasi menggunakan FTIR, sampel hasil modifikasi juga dikarakterisasi dengan XRD pada panjang gelombang  $1,54\text{ \AA}$  dan pada rentangan sudut  $10^\circ - 90^\circ$ . Tujuan dari XRD adalah untuk mengetahui kristalinitas sampel. Analisis hasil XRD dilakukan dengan membandingkan hasil yang didapat dengan penelitian-penelitian terdahulu.



Gambar 4.3 Difraktogram Hasil Analisis XRD, (a) Silika gel, (b) 1:2, (c) 1:1, (d) 2:1, (e) 2 jam, (f) 4 jam, (g) 6 jam.

Tabel 4.5 Pola Sudut Difraksi Kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) Silika Gel dan Silika Gel Termodifikasi Difenilkarbazida

	Sampel			Standar JCPDS no. 46 - 1045		
	$2\theta$ (°)	D hkl	Intensitas Relatif (%)	$2\theta$	D hkl	Intensitas Relatif (%)
Silika Gel	54.6026	1.68081	11.59	54.873	1.6717	4.0
	55.2520	1.66258	6.31	55.323	1.6592	2.0
	59.5307	1.55290	8.29	59.958	1.5415	9.0
	65.2843	1.42927	3.76	65.784	1.4184	< 1
1:2	46.1986	1.96504	2.44	45.792	1.9799	4.0
	50.6477	1.80238	3.91	50.621	1.8017	< 1
	54.5296	1.68289	12.02	54.873	1.6717	4.0
	55.1956	1.66415	6.24	55.323	1.6592	2.0
	57.3277	1.60722	4.33	57.234	1.6083	< 1
	59.4321	1.55524	10.02	59.958	1.5415	9.0
1:1	65.2367	1.43020	4.56	65.784	1.4184	< 1
	50.6868	1.80108	3.68	50.621	1.8017	< 1
	55.2317	1.66315	5.72	55.323	1.6592	2.0
	57.3622	1.60634	3.77	57.234	1.6083	< 1
	59.4448	1.55494	13.10	59.958	1.5415	9.0
	65.2681	1.42959	2.48	65.784	1.4184	< 1

	67.8297	1.38171	1.15	67.742	1.3821	6.0
2:1	46.2033	1.96485	6.65	45.792	1.9799	4.0
	50.6931	1.80087	4.21	50.621	1.8017	< 1
	54.5643	1.68190	11.99	54.873	1.6717	4.0
	55.1923	1.66424	8.81	55.323	1.6592	2.0
	59.4585	1.55461	10.76	59.958	1.5415	9.0
	64.0543	1.45372	3.00	64.034	1.4529	2.0
	65.2912	1.42914	3.50	65.784	1.4184	< 1
2 jam	46.1985	1.96505	18.00	45.792	1.9799	4.0
	63.9942	1.45494	5.21	64.034	1.4529	2.0
4 jam	46.1202	1.96820	7.08	45.792	1.9799	4.0
	50.6598	1.80197	3.58	50.621	1.8017	< 1
	54.4863	1.68412	12.36	54.873	1.6717	4.0
	55.1633	1.66505	8.07	55.323	1.6592	2.0
	59.4133	1.55569	9.34	59.958	1.5415	9.0
	64.0019	1.45478	2.85	64.034	1.4529	2.0
	65.1686	1.43153	4.37	65.784	1.4184	< 1
	67.8139	1.38199	1.84	67.742	1.3821	6.0
6 jam	50.5876	1.80437	3.74	50.621	1.8017	< 1
	54.4950	1.68387	10.38	54.873	1.6717	4.0
	55.1433	1.66560	4.97	55.323	1.6592	2.0
	59.4302	1.55529	6.54	59.958	1.5415	9.0

Keterangan: berdasarkan JCPDS no. 46 – 1045

Pada umumnya silika adalah dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu diatas 650 °C maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa kuarsa, kristobalit, dan tridymite (Hara, 1986). Bentuk struktur kuarsa, kristobalit dan tridymite yang merupakan jenis kristal utama silika memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda (Brindley and Brown, 1980). Berdasarkan perlakuan termal, pada suhu < 570 °C terbentuk low kuarsa, untuk suhu 570-870 °C terbentuk high kuarsa yang mengalami perubahan struktur menjadi kristobalit dan tridymite, sedangkan pada suhu 870-1470 °C terbentuk high tridymite, pada suhu > 1470 °C terbentuk high kristobalit, dan pada suhu 1723 °C terbentuk silika cair.

Berdasarkan Gambar 4.4, Tabel 4.4 pola sudut difraksi pada silika gel 1:2, 1:1, 2:1, 2 jam, 4 jam, dan 6 jam merupakan pola sudut difraksi SiO<sub>2</sub> dengan jenis

mineral kuarsa. Perbandingan pola sudut difraksi hasil XRD dengan data JCPDS no. 46 – 1045 tidak menunjukkan perbedaan yang begitu besar yaitu berkisar antara  $\pm 0,1$  sampai  $\pm 0,40$ .