

**OPTIMASI ADSORPSI ION Fe^{3+} MENGGUNAKAN SILIKA
TERMODIFIKASI SULFONAT DENGAN SENYAWA PENGHUBUNG
GPTMS**

SKRIPSI

*Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan guna Memperoleh Gelar
Sarjana Sains (S.Si)*



Oleh

**ILMY CHINDIKIA
NIM. 19036073/2019**

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2023**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Optimasi Adsorpsi Ion Fe^{3+} Menggunakan Silika
Termodifikasi Sulfonat dengan Senyawa Penghubung
GPTMS
Nama : Imy Chindikia
NIM : 19036073
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui:

Ketua Jurusan Kimia



Budi Oktavia S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Padang, 21 Agustus 2023

Disetujui Oleh:

Dosen Pembimbing



Budi Oktavia S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

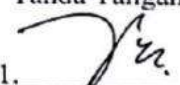


Nama : Imy Chindikia
NIM : 19036073
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

OPTIMASI ADSORPSI ION Fe^{3+} MENGGUNAKAN SILIKA TERMODIFIKASI SULFONAT DENGAN SENYAWA PENGHUBUNG GPTMS

Dinyatakan Lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 21 Agustus 2023

Tim Penguji:

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D	1. 
2	Anggota	Ananda Putra, S.Si., M.Si., Ph.D	2. 
3	Anggota	Edi Nasra, S.Si., M.Si	3. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini

Nama : Imy Chindikia

NIM : 19036073

Tempat/Tanggal Lahir : Tanjung Beringin/07 September 2001

Program Studi : Kimia

Departemen : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Judul Skripsi : Optimasi Adsorpsi Ion Fe^{3+} Menggunakan Silika Termodifikasi Sulfonat dengan Senyawa Penghubung GPTMS

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, 16 Agustus 2023

Yang Menyatakan

Imy Chindikia

NIM. 19036073

OPTIMIZATION OF Fe³⁺ ION ADSORPTION USING SULFONATE MODIFIED SILICA WITH GPTMS LINKING COMPOUND

Ilmy chindikia

ABSTRACT

Silica gel is one of several adsorbents that are widely used in adsorption processes, having active silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) and siloxane ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) groups, the presence of these compounds allows modification. In this study, modification of silica gel by sulfonate groups of monatrium salt compounds of 4-amino5-hydroxy-2,7-naphthalendisulfonic acid using GPTMS linking compound was carried out. Modification of silica gel has changed the active site on the surface, namely by changing the silanol group ($\equiv\text{Si-OH}$) to the sulfonate functional group of the modifying compound. Modification of silica gel can increase the reactivity and effectiveness of surface absorption during the adsorption process. The adsorption process of Fe³⁺ cations using sulfonate modified silica gel adsorbent has been carried out by varying pH, contact time and concentration so that the optimum situation is obtained at pH 6, contact time 45 minutes and concentration of 20 ppm with an absorption capacity of 2.1329 mg/g and percent absorption of 95.76%. The comparison of sorption capacity between silica before modification and silica after modification is 1.17864 mg/g and 2.1329 mg/g and fulfills the Langmuir isotherm model with a correlation coefficient (R^2) of 0.9941.

Keywords: Silica gel, Modified silica, Adsorption

OPTIMASI ADSORPSI ION Fe^{3+} MENGGUNAKAN SILIKA TERMODIFIKASI SULFONAT DENGAN SENYAWA PENGHUBUNG GPTMS

IImy Chindikia

ABSTRAK

Silika gel merupakan salah satu dari beberapa adsorben yang banyak digunakan pada proses adsorpsi, memiliki gugus aktif silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) adanya senyawa-senyawa ini memungkinkan terjadinya modifikasi. Pada penelitian ini telah dilakukan modifikasi silika gel oleh gugus sulfonate senyawa garam monatrium asam 4-amino5-hidroksi-2,7-naftalendisulfonat menggunakan senyawa penghubung GPTMS. Modifikasi silika gel telah merubah situs aktif pada permukaan, yaitu dengan merubah gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) menjadi gugus fungsi sulfonat senyawa pemodifikasi. Modifikasi silika gel dapat meningkatkan reaktifitas dan efektivitas penyerapan permukaan pada saat proses adsorpsi berlangsung. Proses adsorpsi kation Fe^{3+} menggunakan adsorben silika gel termodifikasi sulfonat yang telah dilakukan dengan memvariasikan pH, waktu kontak dan konsentrasi sehingga didapatkan keadaan optimum pada pH 6, waktu kontak 45 menit dan konsentrasi 20 ppm dengan kapasitas penyerapan 2,1329 mg/g dan persen serapan 95,76 %. Perbandingan kapasitas penyerapan antara silika sebelum modifikasi dengan silika setelah modifikasi adalah 1,17864 mg/g dan 2,1329 mg/g serta memenuhi model isoterm Langmuir dengan koefisien korelasi (R^2) 0,9941

Kata kunci : Silika gel, Modifikasi silika, Adsorpsi

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang. Segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan memberikan penulis kekuatan dan kesabaran dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Optimasi Adsorpsi Ion Fe³⁺ Menggunakan Silika Termodifikasi Sulfonat dengan Senyawa Penghubung GPTMS”**.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan mata kuliah skripsi pada program Studi kimia, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan serta masukan yang membangun dari berbagai pihak. Maka dari itu izinkan penulis pada kesempatan kali ini untuk mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada

1. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D selaku kepala Departemen Kimia, Ketua Program Studi Kimia FMIPA UNP dan pembimbing skripsi
2. Bapak Ananda Putra, S.Si., M.Si., Ph.D dan bapak Edi Nasra, S.Si., M.Si selaku dosen pembahas.
3. Bapak dan ibu staf pengajar serta seluruh staf akademik dan non akademik Departemen Kimia FMIPA UNP.
4. Teman-teman seperjuangan yang saling membantu dalam menyusun skripsi.

Untuk kesempurnaan penulisan skripsi dan penelitian yang telah penulis lakukan, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak manapun dan atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2023

Penulis

DAFTAR ISI

PERSETUJUAN SKRIPSI	i
PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
OPTIMIZATION OF Fe³⁺ ION ADSORPTION USING SULFONATE MODIFIED SILICA WITH GPTMS LINKING COMPOUND	iv
ABSTRACT	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	3
C. Batasan Masalah.....	3
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Silika	6
1. Silika Gel.....	6
2. Modifikasi Silika	8
B. Kation Fe ³⁺	11
C. Adsorpsi dan pertukaran ion	12
1. Adsorpsi.....	12
2. Pertukaran ion.....	17
3. Isoterm adsorpsi	18
D. Karakterisasi Instrument yang digunakan	21
1. <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	21
2. <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	22
3. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	23

4. <i>Automatic Absorption Spectrophotometer (AAS)</i>	23
5. <i>Potensiometer</i>	24
BAB III	26
A. Waktu dan Tempat	26
B. Variabel Penelitian	26
C. Objek penelitian	26
D. Alat dan Bahan.....	26
E. Prosedur Kerja.....	27
BAB IV	31
A. Modifikasi Silika.....	31
B. Karakterisasi.....	33
C. Adsorpsi Ion Logam Fe ³⁺ menggunakan Metode Batch	38
BAB V	46
A. Kesimpulan	46
B. Saran.....	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	50

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	Halaman
1. Struktur kimia silika.....	6
2. Bentuk silika alam.....	7
3. Silika Gel	8
4. Struktur Senyawa GPTMS.....	10
5. Struktur Gugus Sulfonat	10
6. Mekanisme Reaksi Silika Termodifikasi Sulfonat.....	11
7. Ilustrasi Adsorpsi	13
8. Proses adsorpsi secara batch	14
9. Kurva Isoterm Adsorpsi Langmuir	20
10. Skema instrumen FTIR	22
11. Skema Instrumen XRF.....	23
12. Mekanisme XRD	23
13. Skema instrument AAS.....	24
14. Spektrum FTIR Silika GPTMS.....	33
15. Spektrum XRD silika sebelum Modifikasi	36
16. Spektrum XRD Silika Setelah Modifikasi	36
17. Kurva Titik ekuivalen titrasi potensiometri	37
18. Grafik Variasi pH.....	39
19. Grafik Variasi Waktu Kontak	41
20. Grafik Variasi Konsentrasi.....	42
21. Diagram Perbandingan Kapasitas Penyerapan Antara Silika Sebelum dimodifikasi dan Silika Setelah dimodifikasi	44
22. Grafik Isoterm Langmuir Silika Modifikasi	45
23. Grafik Isoterm Freundlich Silika Modifikasi.....	46

DAFTAR TABEL

TABEL	Halaman
1. Asorben yang Sering digunakan	7
2. Perbedaan adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia.....	15
3. Data Hasil XRF Perbandingan Antara Silika-GPTMS dengan Silika Termodifikasi Sulfonat.....	35

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
1. Prosedur Kerja.....	50
2. Desain Penelitian	54
3. Perhitungan Pembuatan Reagen.....	55
4. Data Hasil FTIR	58
5. Perbandingan Ukuran Kristal Hasil XRD	61
6. Data Hasil Titrasi Potensiometri	61
7. Data Hasil XRF	64
8. Perhitungan Titrasi Potensiometri.....	64
9. Data Hasil Perhitungan Adsorpsi Silika Terhadp Fe^{3+}	64
10. Persamaan Isoterm Adsorpsi.....	69
11. Kurva Penentuan Isoterm Adsorpsi	70
12. Dokumentasi Penelitian	71

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Keberadaan ion logam berat pada suatu larutan, perairan, bahkan dalam kesehatan sangat berbahaya, salah satunya adalah logam besi atau Fe, menurut Keputusan Menteri Kesehatan RI NO.492/MENKES/PER/IV/2010 mengenai ambang batas maksimum kadar logam besi pada air minum sekitar 0,3 mg/L (Direktorat Penyehatan Air, 1996), untuk ambang batas kadar logam besi pada perairan yaitu 1 mg/L (Kamal, 2007) yang banyak dihasilkan dari proses industri seperti pengkaratan pada besi yang mengakibatkan limbahnya ikut tercampur kedalam perairan. Kebanyakan ion logam berat merupakan ion yang keberadaannya tidak diinginkan dalam suatu larutan, maka dari itu perlu dihilangkan dengan cara pertukaran ion.

Pada penelitian ini proses pertukaran ion terjadi saat adsorpsi dilakukan menggunakan metode batch, selain menggunakan metode adsorpsi proses pertukaran ion dapat dilakukan dengan metode kromatografi yang menggunakan matriks yang berada dalam kolom kromatografi (fasa diam) atau resin penukar ion. Pada pemisahan menggunakan kromatografi pertukaran ion memiliki kendala yaitu resin yang diperlukan harus dalam jumlah yang banyak dan harganya tidak murah, karna itu dilakukan penelitian untuk mendapatkan data yang dapat digunakan dalam pembuatan resin penukar ion pada penelitian selanjutnya yang mudah dan terjangkau (Zou et al. 2021).

Pertukaran ion dilakukan untuk menghilangkan ion yang tidak diinginkan dalam suatu larutan yang dapat dilakukan melalui proses adsorpsi. Adsorpsi membutuhkan adsorben dan adsorbat, pada adsorben digunakan suatu polimer baik polimer organik maupun anorganik. Pada penelitian ini telah digunakan silika karena menurut penelitian terdahulu, silika baik digunakan sebagai matriks dasar untuk merancang resin penukar ion karena mudah disintesis, luas permukaan yang tinggi, resiko toksisitas rendah dan biaya rendah, serta dapat diregenerasi, sifat ini cukup menunjukkan bahwa silika dapat digunakan sebagai fase diam atau adsorben dalam proses adsorpsi (Weni and Oktavia 2021). Namun kelemahan silika gel sebagai adsorben antara lain selektivitas yang rendah serta efektifitas interaksi permukaan dengan logam berat menyebabkan silika gel kurang reaktif menyerap ion, tapi kekurangan ini bisa ditanggulangi menggunakan metode modifikasi permukaan silika gel menggunakan situs aktif. Pada penelitian ini mengacu pada jurnal acuan (Azmiyawati 2004) menggunakan garam mononatrium asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalena disulfonat. Keduanya tidak memungkinkan berikatan secara langsung sehingga dalam mengikat senyawa organik dan silika gel digunakan perekat GPTMS dengan senyawa 3-kloropropiltrimetoksisilan yang dieksplorasi sebagai sarana pengikat situs aktif dengan silika gel karena mempunyai senyawa silan dimana senyawa tersebut dapat mengikat gugus aktif silanol dan siloksan pada silika dan senyawa menghasilkan silika sulfonat, merupakan silika gel yang termodifikasi oleh gugus sulfonat (Sefriani 2021) (J.Sheng, 2016).

Adsorpsi menggunakan sistem batch dimana adsorben silika sulfonate dikontakkan dengan adsorbat pada jumlah tepat serta melihat perubahan

kualitasnya selang waktu tertentu. Pada metode batch, adsorben dan adsorbat akan bercampur dan mengalami pertukaran ion dalam satu wadah atau kolom dimana adsorben yang mengandung gugus fungsi akan dipertukarkan dengan adsorbat yang mengandung ion lawan agar muatannya netral. Pada proses adsorpsi ini akan menghasilkan data optimum dari variasi yang dilakukan, data tersebut berguna untuk pembuatan resin penukar ion pada penelitian selanjutnya. Karakterisasi dari penelitian akan dilakukan menggunakan Titrasi Potensiometri untuk melihat banyaknya gugus epoksi yang terikat pada silika-GPTMS, instrument FTIR untuk membandingkan apakah sudah ada gugus fungsi S=O pada silika termodifikasi sulfonate atau belum, instrument XRF untuk melihat unsur-unsur kimia lainnya pada silika GPTMS sulfonate dan instrument AAS untuk melihat kapasitas penyerapan adsorben pada proses adsorpsi (Aulia et al. n.d.).

B. Identifikasi Masalah

Identifikasi masalah pada penelitian ini yaitu :

1. Rendahnya efektivitas penyerapan pada silika
2. Kolom kromatografi yang mahal
3. Apakah modifikasi silika gel terhadap gugus sulfonate dengan senyawa penghubung GPTMS dapat meningkatkan kapasitas penyerapan Fe^{3+}

C. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Pengaruh variasi pH terhadap penyerapan ion logam Fe^{3+} dengan variasi 2,3,4,5,6 dan 7

2. Pengaruh variasi waktu kontak terhadap penyerapan ion Fe^{3+} dengan variasi 15,30,45,60 dan 75 menit
3. Pengaruh variasi konsentrasi terhadap penyerapan ion Fe^{3+} dengan variasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH, waktu kontak dan konsentrasi terhadap daya serap silika gel termodifikasi sulfonate pada adsorpsi kation Fe^{3+} ?
2. Bagaimana pengaruh perbandingan kapasitas penyerapan antara silika sebelum dimodifikasi dengan silika setelah dimodifikasi oleh gugus sulfonat?
3. Bagaimana menentukan model isoterm adsorpsi?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian yang diharapkan dari penelitian ini yaitu:

1. Menentukan pengaruh kondisi optimum pH, waktu kontak dan konsentrasi terhadap daya serap silika gel termodifikasi sulfonat pada adsorpsi kation Fe^{3+}
2. Menentukan perbandingan kapasitas adsorpsi silika sebelum modifikasi dengan silika setelah dimodifikasi
3. Menentukan model isoterm adsorpsi

F. Manfaat Penelitian

Manfaat yang ingin dicapai dari penelitian ini yaitu data yang didapatkan pada proses adsorpsi kation Fe^{3+} dengan sistem batch dapat digunakan dalam metode kromatografi ion yang dijadikan sebagai fase diam atau resin penukar ion pada penelitian selanjutnya.