

**OPTIMASI ADSORPSI ION Pb^{2+} PADA SILIKA GEL-GPTMS
TERMODIFIKASI SULFONAT**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai Salah Satu Persyaratan guna Memperoleh gelar
Sarjana Sains (S.Si)*



**Oleh:
YONI AFRILIA
NIM. 19036047/2019**

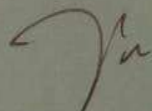
**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2023**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Optimasi Adsorpsi Ion Pb^{2+} Pada Silika Gel-GPTMS
Termodifikasi Sulfonat
Nama : Yoni Afrilia
NIM : 19036047
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 24 Agustus 2023

Mengetahui :
Kepala Departemen Kimia



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

Disetujui Oleh :
Dosen Pembimbing



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

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

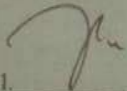
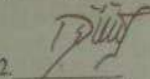
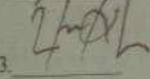
Nama : Yoni Afrilia
TM/NIM : 2019/19036047
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

OPTIMASI ADSORPSI ION Pb^{2+} PADA SILIKA GEL-GPTMS
TERMODIFIKASI SULFONAT

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 24 Agustus 2023

Tim Penguji

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D	1. 
2	Anggota	Dr. Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si	2. 
3	Anggota	Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D	3. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini

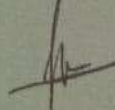
Nama : Yoni Afrilia
NIM : 19036047
Tempat/Tanggal Lahir : Siguntur Muda/29 April 2001
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Optimasi Adsorpsi Ion Pb^{2+} Pada Silika Gel-GPTMS
Termodifikasi Sulfonat**

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, 24 Agustus 2023
Yang Menyatakan



Yoni Afrilia
NIM. 19036047

Optimasi Adsorpsi Ion Pb^{2+} pada Silika Gel-GPTMS Termodifikasi Sulfonat

Yoni Afrilia

ABSTRAK

Silika gel dapat dijadikan sebagai adsorben karena memiliki dua gugus situs aktif yaitu silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Modifikasi silika gel ini dilakukan untuk meningkatkan kemampuan silika dalam mengadsorpsi ion-ion, salah satunya ion Pb^{2+} . Senyawa modifikator yang digunakan adalah garam sulfonat (asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat) dengan senyawa penghubung glisidoksipropiltrimettoksisilan (GPTMS). Adsorben hasil modifikasi dikarakterisasi dengan FTIR dan XRF serta untuk hasil penyerapan dikarakterisasi dengan AAS. Adsorben yang dimodifikasi digunakan untuk melihat perbandingan kapasitas adsorpsi Ion Pb^{2+} terhadap silika non modifikasi serta untuk menentukan kondisi optimum penyerapan ion Pb^{2+} menggunakan silika sulfonat. Adsorpsi dilakukan menggunakan metode batch. Kondisi penyerapan optimum ion logam Pb^{2+} menggunakan silika sulfonat didapatkan pada pH 3, waktu kontak 45 menit pada konsentrasi 20 ppm dengan kapasitas adsorpsi maksimal (Q_m) sebesar 3,691 mg/g. Hasil perbandingan kapasitas penyerapan ion Pb^{2+} oleh silika non modifikasi lebih kecil yaitu 2,01 mg/g dengan persentase 54,67% dan silika modifikasi sebesar 3,375 mg/g dengan persentase 91,82%.

Kata Kunci : Adsorpsi, silika, ion Pb^{2+} , gugus sulfonat, metode batch

Optimization of Pb²⁺ Ion Adsorption in Sulfonate modified Silica Gel-GPTMS

Yoni Afrilia

ABSTRACT

Silica gel can be used as an adsorbent because it has two active site groups, namely silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si). Modification of silica gel is done to increase the ability of silica to adsorb ions, one of which is Pb²⁺ ion. The modifier compounds used are sulfonic salts (4-amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid) with a bridging compound of glycidoxypropyltrimethoxysilane (gptms). The modified adsorbents were characterized by FTIR and XRF and the absorption results were characterized with AAS. The modified adsorbent was used to see the adsorption capacity of Pb²⁺ ions to unmodified silica and to determine the optimum conditions for adsorption of Pb²⁺ ions using silica sulfonate. Adsorption was carried out using the batch method. The optimum sorption condition of metal ions Pb²⁺ using silica sulfonate was obtained at pH 3, contact time of 45 min at a concentration of 20 ppm with a maximum adsorption capacity (Q_m) of 3.691 mg/g. Comparative results of Pb²⁺ ion adsorption capacity by unmodified silica was smaller, namely 2.01 mg/g with a percentage of 54.67% and modified silica of 3.375 mg/g with a percentage of 91.82%.

Keywords : Adsorption, silica gel, ion Pb²⁺, sulfonic group, batch method

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberi kesehatan dan kekuatan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi sebagai persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si). Skripsi dengan judul **“Optimasi Adsorpsi Ion Pb^{2+} Pada Silika Gel-GPTMS Termodifikasi Sulfonat”**.

Skripsi ini diajukan untuk memenuhi serta melengkapi persyaratan mata kuliah skripsi pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini, tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan serta masukan dari berbagai pihak. Penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Kepala Departemen Kimia, Koordinator Program Studi Kimia FMIPA UNP serta pembimbing sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
2. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D dan Ibu Dr. Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si sebagai pembahas skripsi.

Untuk kesempurnaan skripsi yang telah penulis tulis ini, maka penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pihak. Atas saran dan kritik yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2023

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR TABEL.....	v
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR LAMPIRAN.....	vii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan.....	5
F. Manfaat.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Adsorpsi	6
B. <i>Ion Exchange</i>	11
1. Anion Exchange	12
2. Kation Exchange	14
C. Silika.....	14
D. Modifikasi Silika.....	18
E. Timbal	21
F. Instrumen.....	22
1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	22
2. <i>Atomic Absorption Spectrometry</i> (AAS).....	23
3. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	24
4. Titrasi Potensiometri	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	29
A. Waktu dan Tempat	29
B. Objek Penelitian	29
C. Variabel penelitian	29
D. Alat dan Bahan	29
E. Prosedur Kerja.....	30

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	34
A. Modifikasi Silika	34
B. Karakterisasi	36
C. Adsorpsi Ion Logam Pb ²⁺ menggunakan metode batch	40
BAB V PENUTUP	48
A. Kesimpulan	48
B. Saran	48
DESAIN PENELITIAN	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	56

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Perbedaan Adsorpsi Fisika & Kimia.....	7
2. Sifat Fisik dan Kimia Silika.....	17
3. Karakteristik Spektra FTIR.....	23
4. Data Hasil XRF.....	38

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Proses Adsorpsi	6
2. Struktur Tetrahedral Silika	16
3. Struktur GPTMS	19
4. Reaksi Silika-GPTMS	20
5. Struktur asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat	20
6. Silika-Sulfonat	21
7. Spektrometer XRF	25
8. Peralatan Titrasi Potensiometri	28
9. Hasil FTIR Silika-GPTMS, Garam sulfonat dan Silika-GPTMS Sulfonat.....	37
10. Kurva Titrasi Potensiometri Silika-GPTMS	39
11. Pengaruh Variasi pH Terhadap penyerapan Ion Pb^{2+}	40
12. Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Penyerapan Ion Pb^{2+}	42
13. Pengaruh Variasi Konsentrasi terhadap Adsorpsi Pb^{2+}	44
14. Grafik Persamaan Isoterm Langmuir	45
15. Grafik Persamaan Isoterm Freundlich	46
16. Perbandingan Kapasitas Adsorpsi silika non modifikasi dan silika modifikasi terhadap adsorpsi Kation Pb^{2+}	47
17. Kurva Titrasi Potensiometri Silika Gel	64

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja Silika-GPTMS	56
2. Titrasi Potensiometri untuk menentukan banyaknya gugus epoksi	56
3. Skema Kerja Modifikasi Silika dengan sulfonat.....	57
4. Skema Kerja Pengaruh pH pada saat adsorpsi ion logam Pb^{2+}	57
5. Skema Kerja Pengaruh Waktu Kontak pada saat adsorpsi ion logam Pb^{2+}	58
6. Pengaruh Variasi Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Ion Logam Pb^{2+}	58
7. Pembuatan Larutan.....	58
8. Hasil Titrasi Potensiometri Silika Gel dengan Silika-GPTMS	62
9. Data Hasil FTIR	66
10. Data Hasil Perhitungan Adsorpsi Silika-GPTMS termodifikasi sulfonat terhadap kation Pb^{2+}	67
11. Persamaan Isoterm Adsorpsi.....	71
12. Dokumentasi Penelitian	72

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Adsorpsi adalah proses akumulasi atom atau ion pada permukaan adsorben yang berbentuk padat (Guo & Wang, 2019). Metode adsorpsi relatif ekonomis dan memiliki proses yang sederhana (Syauqiah *et al.*, 2011). Proses adsorpsi didasarkan pada interaksi antara ion logam dengan gugus fungsional pada adsorben. Adsorben yang ideal untuk mengadsorpsi ion logam harus memiliki biaya yang rendah, afinitas yang tinggi untuk ion logam, kapasitas adsorpsi yang tinggi, dan regenerasi mudah seperti halnya silika (Jal *et al.*, 2004).

Silika merupakan mineral yang terangkai dari satu atom silikon (Si) dengan dua atom oksigen (O₂) (Rahayu *et al.*, 2021). Silika dapat digunakan sebagai adsorben karena sifatnya yang inert, hidrofilik, memiliki sifat termal yang tinggi dan stabilitas mekanik serta relatif tidak berkembang di pelarut organik. Silika memiliki dua gugus yaitu silanol serta siloksan yang memiliki kemampuan menyerap ion logam. Namun, pada proses pengikatan ion logam gugus silanol memiliki kemampuan yang relatif lemah dan kurang efektif. Oleh karena itu, perlu dilakukan pemodifikasian silika yang bertujuan untuk meningkatkan efektivitas adsorpsinya (Sulastri & Kristianingrum, 2010).

Modifikasi silika dengan penambahan material pada permukaannya sudah sering dilakukan. Menurut Lessi *et al* (1996) pengikatan senyawa organik pada silika lebih efektif menggunakan senyawa penghubung.

Senyawa penghubung yang digunakan seperti penambahan *mercaptopropylmethoxysilane* (MPTS) agar didapatkan gugus merkapto, modifikasi dengan *aminopropyltrimethoxysilane* (APTS), agar didapatkan gugus amino, modifikasi dengan *cloropropyltrimethoxysilane* (CPTS) untuk memperoleh gugus kloro dan silan non reagen seperti 1-amino-2 hidroksi-4-naftalena asam disulfonat, digunakan senyawa penghubung yaitu *glycidoxypropyltrimethoxysilane* (GPTMS). GPTMS ini digunakan sebagai senyawa penghubung yang membentuk jaringan epoksi (Azmiyawati, 2004).. Senyawa yang terbentuk direaksikan dengan gugus organik yang nantinya dimanfaatkan sebagai fasa diam dalam kromatografi. Modifikasi silika menggunakan garam sulfonat berhasil dilakukan oleh Azmiyawati (2004) untuk mengadsorpsi ion logam Mg^{2+} dan Amalia & Priyambodo (2014) untuk mengadsorpsi logam Ca^{2+} . Garam sulfonat dipilih sebagai pemodifikasi karna terdapat gugus amina sebagai tempat melekatnya silika gel-GPTMS dan terdapat gugus O^- yang memperbanyak sisi aktif pada permukaan silika gel. Sulfonat ini dapat digunakan sebagai resin penukar ion (Razak *et al.*, 2012).

Resin penukar ion merupakan fasa diam yang digunakan pada kolom kromatografi ion. Kromatografi ion memiliki keunggulan dengan metode pemisahan yang mudah dan terpecaja yang digunakan untuk pemisahan dan penentuan ion-ion organik dan anorganik pada suatu larutan. Namun, pemisahan dengan kromatografi penukar ion pada kolom terbuka memerlukan resin dalam jumlah yang banyak dan harga yang relatif mahal, sehingga banyak peneliti yang melakukan penelitian tentang pembuatan

resin penukar ion berbahan dasar polimer, baik polimer organik maupun anorganik (Zainudin *et al.*, 2015). Kromatografi penukar kation dapat memisahkan berbagai jenis analit termasuk ion logam (Luo *et al.*, 2008). Kromatografi ion dapat menentukan zat terlarut ionik, seperti kation anorganik (termasuk logam alkali, logam alkali tanah, logam berat dan logam transisi, karboksilat, asam fosfat dan asam sulfat, karbohidrat, basa organik dengan berat molekul rendah, ion kompleks) serta anion anorganik (Michalski, 2009).

Ion logam Pb^{2+} merupakan suatu ion logam berat yang bersifat toksik terhadap lingkungan (Kayadoe & Yusuf, 2022). Timbal (Pb) termasuk salah satu logam lunak dengan warna abu-abu kebiruan mengkilat dengan bilangan oksidasi +2 (Ikhsan *et al.*, 2020). Pemilihan ion logam Pb^{2+} pada penelitian ini untuk melihat apakah silika-GPTMS termodifikasi sulfonat dapat menyerap ion logam berat yang nantinya silika-GPTMS termodifikasi sulfonat ini akan dijadikan sebagai fasa diam pada kromatografi penukar ion tepatnya sebagai resin pertukaran kation.

Keberhasilan pada proses adsorpsi pada silika gel termodifikasi sulfonat ini dapat diketahui dengan analisis karakterisasi menggunakan instrumen FTIR, Titrasi potensiometri, XRF dan SSA. FTIR ini menghasilkan spektrum yang menunjukkan gugus fungsi suatu senyawa yang didasarkan pada spektra penyerapan sinar infra merah (Anam, 2015). Titrasi potensiometri bertujuan untuk melihat banyaknya gugus epoksi yang terikat pada silika-GPTMS (Azmiyawati, 2004). XRF digunakan untuk melihat konsentrasi unsur yang terkandung dalam silika GPTMS dan silika

GPTMS-Sulfonat. SSA ini digunakan untuk analisis unsur secara kuantitatif yang mana pengukurannya didasarkan pada penyerapan cahaya pada panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Anshori *et al.*, 2005). Berdasarkan latar belakang di atas, maka peneliti tertarik untuk melakukan penelitian dengan judul “**Optimasi Adsorpsi ion Logam Pb²⁺ Pada Silika-GPTMS Termodifikasi Sulfonat**”.

B. Identifikasi Masalah

Dari latar belakang dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut :

1. Adsorpsi langsung pada silika gel kurang efektif, sehingga perlu dimodifikasi
2. Resin untuk kromatografi penukar ion diperlukan dalam jumlah banyak dan relatif mahal
3. Variasi pH mempengaruhi adsorpsi
4. Variasi waktu kontak mempengaruhi adsorpsi
5. Variasi Konsentrasi mempengaruhi adsorpsi

C. Batasan Masalah

1. Pengaruh variasi pH (2; 3; 4; 5; 6) terhadap adsorpsi ion Pb²⁺ pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat
2. Pengaruh variasi waktu kontak (15; 30; 45; 60; 75) terhadap adsorpsi ion Pb²⁺ pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat
3. Pengaruh variasi konsentrasi (5, 10, 15, 20, 25) terhadap adsorpsi ion Pb²⁺ pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat

D. Rumusan Masalah

1. Bagaimana kondisi optimum (pH, waktu kontak dan konsentrasi) adsorpsi ion Pb²⁺ pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat?
2. Bagaimana pola isoterm adsorpsi terhadap penyerapan ion Pb²⁺ pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat?

3. Bagaimana perbandingan kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} pada silika non modifikasi dengan silika termodifikasi?

E. Tujuan

1. Mengetahui kondisi optimum (pH, waktu kontak dan konsentrasi) adsorpsi ion Pb^{2+} pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat
2. Mengetahui pola isoterm adsorpsi terhadap penyerapan ion Pb^{2+} pada silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat
3. Mengetahui perbandingan kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} pada silika non modifikasi dengan silika termodifikasi sulfonat

F. Manfaat

1. Sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya
2. Memberikan informasi mengenai silika termodifikasi sulfonat dapat menjadi fasa diam atau resin penukar kation pada kolom kromatografi.