

**KARAKTERISASI DAN AKTIVASI SILIKA ALAM SECARA FISIKA  
DAN KIMIA SEBAGAI FASA DIAM PADA KOLOM  
KROMATOGRAFI**

**SKRIPSI**

*Diajukan Kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia  
Untuk Memenuhi Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains*



Oleh:  
**MARDHO TILLA**  
**16071/2010**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
PADANG  
2014**

**PERSETUJUAN SKRIPSI**

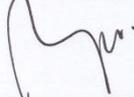
**KARAKTERISASI DAN AKTIVASI SILIKA ALAM  
SECARA FISIKA DAN KIMIA SEBAGAI FASA DIAM PADA KOLOM  
KROMATOGRAFI**

Nama : Mardho Tilla  
NIM/BP : 16071/2010  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 05 Mei 2014

Disetujui Oleh

Pembimbing I



Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D  
NIP. 19721024 1998 03 1 001

Pembimbing II



Edi Nasra, M.Si  
NIP. 19810622 2003 12 1 001

## PENGESAHAN

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi Program Studi Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

Judul : **Karakterisasi dan Aktivasi Silika Alam secara Fisika dan Kimia sebagai Fasa Diam pada Kolom Kromatografi**

Nama : Mardho Tilla

Nim/BP : 16071/2010

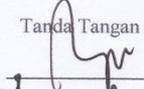
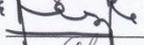
Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 05 Mei 2014

### Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
1. Ketua	: Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D	1. 
2. Sekretaris	: Edi Nasra, M.Si	2. 
3. Anggota	: Dra. Sri Benti Etika, M.Si	3. 
4. Anggota	: Miftahul Khair, M.Sc	4. 
5. Anggota	: Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si	5. 

## SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, 05 Mei 2014

Yang menyatakan,

  
METERAI  
TEMPEL  
36C4BACF262939028  
6000  
DJP

Mardho Lilla

## ABSTRAK

### **Mardho Tilla, 2014: Karakterisasi dan Aktivasi Silika Alam Secara Fisika dan Kimia Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi**

Silika alam Indonesia merupakan mineral alam yang berpotensi sebagai adsorben senyawa-senyawa polar yang diterapkan dalam pemisahan secara kromatografi. Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi dan aktivasi silika alam secara fisika dan kimia sebagai pengisi kolom kromatografi. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa komposisi dan sifat-sifat kimia dan fisika dari silika alam dan mendapatkan silika alam teraktivasi pada kondisi optimum. Pada penelitian ini digunakan instrument XRD, XRF, FTIR, SEM dan Spektrometri untuk mengkarakterisasi sampel silika alam yang diaktivasi menggunakan variasi konsentrasi HCl dan KOH.

Hasil karakterisasi silika alam menunjukkan bahwa silika alam dari PT. Bratako Bandung memiliki ukuran kristal 144,42 nm, ukuran butir  $77,378 \cdot 10^{-7}$  m dan kadar  $\text{SiO}_2$  97,993%. Dari data FTIR, pada panjang gelombang  $694,51 \text{ cm}^{-1}$  terjadi regangan simetri Si-O, sedangkan pada panjang gelombang  $1058,84 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1162,51 \text{ cm}^{-1}$  terjadi regangan asimetri Si-O. Hasil foto SEM menunjukkan topografi dan morfologi permukaan butiran silika alam yang tidak teratur, datar dan memiliki mikropori. Silika alam yang telah diaktivasi dengan beberapa variasi konsentrasi HCl dan KOH diukur dengan instrument XRD dan XRF sehingga didapatkan silika alam teraktivasi paling baik oleh aktivator HCl 1 M. Silika alam teraktivasi HCl 1 M memiliki kapasitas serapan 11,03 mg/Kg terhadap larutan Ponceau 4R dan memenuhi persamaan Isoterm Langmuir.

***Kata kunci: Aktivasi, Fasa diam, Kromatografi, Silika alam***

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Karakterisasi dan Aktivasi Silika Alam Secara Fisika dan Kimia Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi**. Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan untuk memperoleh gelar Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis mendapatkan bimbingan serta bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D. selaku dosen pembimbing I dan Penasehat Akademik.
2. Bapak Edi Nasra, M.Si. selaku dosen pembimbing II
3. Ibu Dra. Sri Benti Etika, M.Si, Ibu Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si dan Bapak Miftahul Khair, S.Si, M.Sc sebagai penguji
4. Ibu Dra. Andromeda, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang
6. Kedua orang tua yang merupakan motivasi terbesar penulis untuk menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini
7. Teman-teman kimia 2010 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.

Skripsi ini telah ditulis berdasarkan buku panduan penulisan skripsi, namun kritik dan saran yang membangun tentunya sangat penulis butuhkan. Terima kasih.

Padang, Juni 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
ABSTRAK .....	i
KATA PENGANTAR .....	ii
DAFTAR ISI .....	iv
DAFTAR GAMBAR .....	vi
DAFTAR TABEL .....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	viii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang .....	1
B. Rumusan Masalah .....	3
C. Batasan Masalah .....	3
D. Tujuan Penelitian .....	4
E. Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Silika .....	5
B. Aktivasi .....	9
C. Adsorpsi .....	11
D. Isoterm Adsorpsi .....	12
E. Instrumentasi.....	15
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	21
B. Sampel Penelitian.....	21
C. Prosedur Kerja .....	22
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
A. Karakterisasi Silika Alam .....	26
B. Aktivasi Silika Alam dengan HCl .....	30
C. Aktivasi Silika Alam dengan KOH .....	34
D. Uji Serapan Silika Sebelum dan Sesudah Aktivasi .....	38

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan .....	45
B. Saran .....	45
DAFTAR PUSTAKA .....	46
LAMPIRAN .....	49

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Serbuk Silika Alam .....	5
2. Struktur SiO <sub>2</sub> Tetrahedral .....	7
3. Struktur Padatan Silikon Dioksida .....	8
4. Kurva Isoterm Langmuir .....	13
5. Spektra XRD Silika Alam .....	27
6. Spektrum FTIR Silika Alam .....	28
7. Pengukuran SEM Silika Alam Perbesaran 5000 kali .....	29
8. Pengukuran SEM Silika Alam Perbesaran 10.000 kali .....	29
9. Spektra Silika Teraktivasi HCl 0,01 M .....	31
10. Spektra Silika Teraktivasi HCl 0,1 M .....	32
11. Spektra Silika Teraktivasi HCl 1 M .....	32
12. Spektra Silika Teraktivasi HCl 2 M .....	33
13. Spektra Silika Teraktivasi KOH 0,01 M .....	35
14. Spektra Silika Teraktivasi KOH 0,1 M .....	36
15. Spektra Silika Teraktivasi KOH 1 M .....	36
16. Spektra Silika Teraktivasi KOH 2 M .....	37
17. Kurva Standar Ponceau 4R .....	39
18. Kurva Isoterm Langmuir untuk Silika Sebelum Aktivasi .....	40
19. Kurva Isoterm Langmuir untuk Silika Sesudah Aktivasi .....	41
20. Spektrum Silika Alam teraktivasi HCl 1 M .....	42
21. Topografi Permukaan Silika Alam Teraktivasi Perbesaran 5000 kali .....	43
22. Topografi Permukaan Silika Alam Teraktivasi Perbesaran 10.000 kali .....	44

## DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Data Pengukuran XRF Silika Alam .....	26
2. Data Spektrum Silika Alam Sebelum Aktivasi .....	28
3. Perbandingan Konsentrasi HCl .....	30
4. Perbandingan Konsentrasi KOH .....	34
5. Data Larutan Standar Ponceau 4R .....	38
6. Kapasitas Serapan Silika Alam Sebelum Aktivasi .....	39
7. Kapasitas Serapan Silika Alam Sesudah Aktivasi .....	40
8. Data Spektrum Silika Alam Teraktivasi HCl 1M .....	42

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Persiapan Sampel Silika Alam .....	49
2. Uji Fisika Silika Alam .....	49
3. Uji Kimia Silika Alam .....	50
4. Pembuatan Reagen .....	51
5. Aktivasi Silika Alam dengan Asam Klorida .....	52
6. Aktivasi Silika Alam dengan Kalium Hidroksida .....	52
7. Uji Serapan Silika Alam .....	53
8. Ukuran Kristal Silika Alam .....	54
9. Database XRD .....	55
9. Data Ukuran Butir Silika Alam Sebelum Aktivasi .....	59
10. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi HCl 0,01 M .....	60
11. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi HCl 0,1 M .....	61
12. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi HCl 1 M .....	62
13. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi HCl 2 M .....	63
14. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi KOH 0,01 M .....	64
15. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi KOH 0,1 M .....	66
16. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi KOH 1 M .....	67
17. Data Ukuran Butir Silika Alam Teraktivasi KOH 0,01 M .....	68

## **BAB I PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Ilmu pemisahan memegang peranan penting dalam aplikasi kimia analitik. Salah satu teknik pemisahan yang banyak dikembangkan beberapa tahun belakangan adalah teknik kromatografi (Khopkar, 1990). Kromatografi secara umum didasarkan pada perbedaan daya serap satu zat dengan zat lainnya, dimana terdapat dua fasa yaitu fasa diam (adsorben) dan fasa gerak (eluen).

Pada kromatografi, pemisahan sesungguhnya komponen cuplikan terjadi dalam kolom. Karena itu kolom juga disebut sebagai jantung kromatografi (McNair, 1968). Kolom atau fasa diam dapat berupa permukaan zat padat yang berfungsi sebagai medium penyerapan (adsorpsi) (Gritter *et al.*, 1985). Berdasarkan sifat fasa diamnya, terdapat dua macam kromatografi yaitu kromatografi normal dan kromatografi balik. Jika fasa diam bersifat lebih polar dari fasa geraknya maka disebut kromatografi normal, sedangkan jika kepolaran fasa diamnya lebih rendah disebut kromatografi balik.

Sebagian besar bahan untuk fasa diam berasal dari silika yang memiliki struktur tetrahedral dan bersifat polar. Fasa diam silika ini umumnya telah dimodifikasi secara kimia dan dijual di pabrik dengan harga yang mahal. Sementara itu, potensi silika alam banyak terdapat di Indonesia. Hal ini dibuktikan dengan produksi pertambangan silika di wilayah Sumatera Barat tahun 2010 yang mencapai 0,929 juta ton (BPPD Sumbar, 2012). Silika alam

ini masih belum dimanfaatkan secara maksimal untuk menunjang perkembangan ilmu kimia.

Silika yang berasal dari alam umumnya berupa batuan atau berwujud pasir kuarsa, memiliki struktur dasar berbentuk amorf dan kristal. Untuk meningkatkan nilai guna dari mineral alam tersebut, maka dilakukan penelitian dengan memanfaatkan silika alam sebagai fasa diam pada kolom kromatografi. Silika bersifat polar sehingga dapat digunakan untuk analisis senyawa berdasarkan kepolaran. Dengan mengaktivasi dan memodifikasi silika alam dengan reagen tertentu nantinya silika alam ini juga dapat bersifat nonpolar sehingga bisa digunakan sebagai fasa balik pada kromatografi.

Pada uji pendahuluan telah dilakukan analisis komposisi kimia dari silika alam menggunakan XRF dan didapatkan persentase  $\text{SiO}_2$  97,993% dan beberapa senyawa pengotor diantaranya  $\text{Al}_2\text{O}_3$  0,951%,  $\text{P}_2\text{O}_5$  0,261%,  $\text{CaO}$  0,079% ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,482%. Hasil pengujian ini menunjukkan bahwa silika yang berasal dari alam masih mengandung banyak pengotor. Untuk memperbaiki karakter silika alam sehingga bisa digunakan sebagai fasa diam kromatografi perlu dilakukan aktivasi terlebih dahulu.

Aktivasi silika alam dapat dilakukan secara fisika maupun secara kimia. Aktivasi secara fisika dilakukan melalui pengecilan ukuran butir, pengayakan dan pemanasan, tujuannya untuk menghilangkan pengotor organik, memperbesar pori dan memperbesar luas permukaan (Lestari, 2010). Sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan melalui pengasaman dan

pembasaan yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor anorganik, membersihkan permukaan pori dan membuang senyawa pengganggu.

Berdasarkan latar belakang diatas, penulis tertarik untuk melakukan penelitian dengan judul “**Karakterisasi dan Aktivasi Silika Alam Secara Fisika dan Kimia Sebagai Fasa Diam Pada Kolom Kromatografi**”.

## **B. Rumusan Masalah**

Adapun perumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana komposisi dan sifat-sifat fisika dan kimia silika alam yang bisa digunakan sebagai fasa diam kromatografi?
2. Bagaimana mengaktivasi silika alam secara fisika dan kimia yang memenuhi syarat sebagai fasa diam kromatografi?

## **C. Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Pada penelitian ini akan digunakan satu jenis silika alam dari PT. Bratako Bandung yang akan dikarakterisasi untuk menentukan komposisi dan sifat-sifat kimia dan fisiknya menggunakan instrumen XRD, XRF, FTIR dan SEM.
2. Silika alam akan diaktivasi secara fisika (penggilingan, pengayakan dan pemanasan) dan kimia (pengasaman dan pembasaan) sehingga didapatkan silika teraktivasi pada kondisi optimum.

**D. Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Menganalisa komposisi dan sifat-sifat kimia dan fisika dari silika alam.
2. Mendapatkan silika alam teraktivasi pada kondisi optimum.

**E. Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan tercapai dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi komposisi dan sifat-sifat fisika dan kimia dari silika alam yang diteliti.
2. Menginformasikan kondisi optimum pada aktivasi silika alam sehingga dapat dilakukan modifikasi lanjutan untuk digunakan sebagai fasa diam kromatografi.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### A. Silika

Silika alam yang telah digiling menjadi serbuk halus yang dapat digunakan sebagai adsorben dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Serbuk silika alam

Nama IUPAC	: Silikon dioksida
Nama lain	: Kuarsa, Silika, Silikat oksida, Silikon (IV) oksida
Rumus molekul	: $\text{SiO}_2$
Massa molar	: $60,08 \text{ g mol}^{-1}$
Kepadatan	: $2,648 \text{ g cm}^{-3}$
Titik lebur	: $1600\text{-}1725^\circ \text{ C}$
Titik didih	: $2230^\circ \text{ C}$

(Masramdhani, 2011 dalam Retnosari, 2013).

Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dengan formula umum  $\text{SiO}_2$ . Silika merupakan unsur penyusun lithosfer kedua terbesar (27,61%) setelah oksigen (46,46%). Sebanyak 60% dari bebatuan basalt dan granit tersusun oleh  $\text{SiO}_2$  serta lima

dari tujuh kelompok mineral primer (kecuali kelompok fosfat dan karbonat) mengandung Si. Mineral silikat ( $\text{SiO}_2$ ) yang kristalin meliputi kuarsa, tridimit dan kristobalit, sedangkan yang nonkristalin adalah opalin silika yang terbentuk secara biologis dari proses silifikasi dari rerumputan. (Hanifah, 2005).

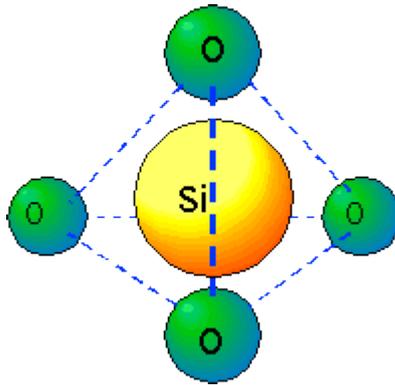
Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintetis adalah amorf. Silika merupakan insulator yang sangat baik sampai mencapai suhu  $1000^\circ\text{C}$ . Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat, serta memiliki struktur lokal yang jelas yaitu empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon. Di alam silika ditemukan dalam bentuk kristobalit, quartz, tridimit, dan amorf.

Silika Kristobalit adalah batuan mineral dengan kerangka utama  $\text{SiO}_2$ , sistem kristal tetragonal dan struktur kerangka kristal tiga dimensi (Gallerles, 1996 dalam Khairi, 2004). Mineral lainnya seperti zeolit adalah batuan dengan sistem kristal tetrahedral dan struktur kerangka tiga dimensi yang biasa digunakan sebagai adsorben. Dari uraian di atas, ada kesamaan struktur kerangka yang dimiliki antara kristobalit dengan zeolit, yaitu kerangka tiga dimensi. Akibatnya, kristobalit mempunyai sifat kimia yang sama dengan zeolit (Cotton, 1989 dalam khairi, 2004).

Proses adsorpsi pada zeolit adalah adsorpsi fisik, dimana proses penyerapannya disebabkan adanya porositas, interaksi pemutusan dan pembentukan ikatan pada suhu tinggi (Sukarjo, 1987 dalam khairi 2004). Karena

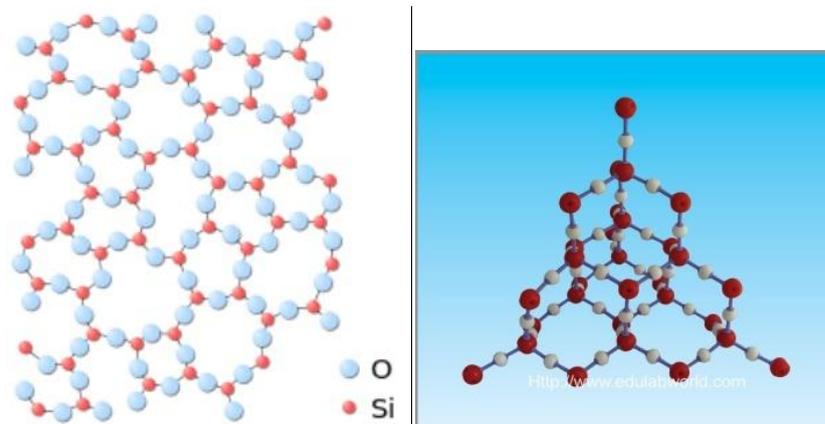
silika kristobalit mempunyai sifat kimia yang sama dengan zeolit, maka proses adsorpsi yang terjadi pada kristobalit sama seperti pada zeolit.

Struktur silika primer adalah tetrahedral  $\text{SiO}_4$ , jadi setiap satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Struktur kristal  $\text{SiO}_2$  dapat dilihat pada gambar 2 dan 3.



Gambar 2. Struktur  $\text{SiO}_4$  tetrahedral

Struktur kerangka silikat merupakan polimer dari tetrahedral  $\text{SiO}_4$ , rantai tetrahedral ini membentuk jaringan polihedral tiga dimensi melalui ikatan antar oksigen dalam salah satu tetrahedral dengan atom silikon pada tetrahedral lainnya. Polihedral yang terbentuk selanjutnya bergabung satu sama lain dengan cara yang sama membentuk kerangka silikat. Akibat pembentukan kerangka silikat tersebut, maka akan terdapat pori-pori dan saluran yang cukup terbuka, sehingga memungkinkan molekul lain dapat masuk melalui proses adsorpsi (El Hadi dkk., 2002 dalam Danarto, 2007).



Gambar 3. Struktur Padatan Silikon Dioksida (chem-is-try.org, 2007)

Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, dan lain-lain. Saat ini dengan perkembangan teknologi mulai banyak aplikasi penggunaan silika pada industri terutama dalam penggunaan silika pada ukuran partikel yang kecil sampai skala mikron atau bahkan nanosilika. Kondisi ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat berbeda yang dapat meningkatkan kualitasnya (Siswanto dkk, 2012).

Mineral silika juga mempunyai berbagai sifat kimia antara lain sebagai berikut :

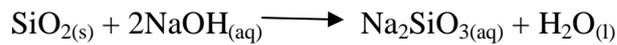
#### 1. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan asam fosfat.



## 2. Reaksi basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat seperti dengan hidroksida alkali.



(Vogel, 1985 : 374 ).

### **B. Aktivasi**

Aktivasi adalah suatu perubahan fisika dimana luas permukaan silika menjadi lebih besar karena pengotor-pengotor yang menyumbat pori-pori terbebaskan. Ada 2 cara untuk melakukan proses aktivasi yaitu :

#### 1. Aktivasi secara fisika

Proses aktivasi secara fisika dilakukan dengan pengecilan ukuran butir, pengayakan dan pemanasan yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik dan menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal sampel sehingga jumlah pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah (Ertan, 2005 dalam Lestari, 2010).

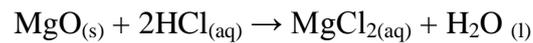
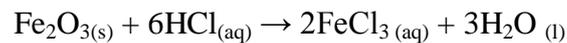
#### 2. Aktivasi secara kimiawi

Metode ini dilakukan dengan merendam bahan baku pada bahan kimia seperti  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{K}_2\text{S}$ ,  $\text{NaCl}$ , dan lain-lain (Juliandini dan Trihadiningrum, 2008 dalam Danarto, 2008). Kelebihan aktivasi secara kimia antara lain memerlukan temperatur yang rendah, menghasilkan kemurnian yang lebih tinggi dan mikropori dapat dikontrol (Memoria dkk, 2013).

a) Aktivasi dengan asam

Aktivasi dengan asam dapat dilakukan dengan menggunakan larutan HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori dan membuang senyawa pengganggu.

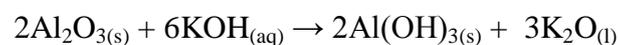
Asam yang sering digunakan sebagai aktivator adalah HCl. Penambahan HCl bertujuan untuk mengeluarkan logam-logam Fe, Mg, dan zat lain yang terikat di sekitar kristal sampel. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

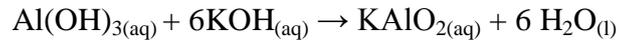


Aktivasi menggunakan asam mineral akan melarutkan komponen Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO dan MgO yang mengisi pori-pori adsorben. Ini akan mengakibatkan terbukanya pori-pori yang tertutup sehingga menambah luas permukaan adsorben.

b) Aktivasi dengan basa

Aktivasi menggunakan larutan basa mampu melarutkan pengotor yang dapat larut dalam basa (misalnya alumina) yang berada di bagian luar kerangka kristal dan yang menutupi pori-pori permukaan silika. Aktivasi dengan basa biasanya menggunakan NaOH dan KOH. Aktivator KOH dapat bereaksi dengan karbon dan alumina sehingga dapat meningkatkan luas permukaan sampel karena pengotor yang menutup pori berkurang (Budisandriyo, 2011).





Aktivator NaOH dapat menurunkan tingkat kristalinitas sampel. Sampel yang berwujud amorf (tingkat kristalinitasnya rendah) mempunyai kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi dari wujud kristalinitasnya (Widi Astuti). NaOH sebagai aktivator memiliki kelebihan yaitu murah dan tidak korosif (Memoria dkk, 2013).

### C. Adsorpsi

Sorpsi adalah proses penyerapan ion oleh partikel penyerap. Proses sorpsi dibedakan menjadi dua yaitu adsorpsi dan absorpsi. Dinamakan proses adsorpsi jika ion tersebut tertahan di permukaan partikel penyerap, sedangkan dinamakan absorpsi jika proses pengikatan ini berlangsung sampai di dalam partikel penyerap (Handayani dan Eko, 2009).

Adsorpsi oleh zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimiawi. Adsorpsi fisika disebabkan oleh gaya *van der waals*. Pada adsorpsi fisika, molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan dengan ikatan yang lemah. Adsorpsi fisika umumnya terjadi pada temperatur rendah dan dengan bertambahnya temperatur jumlah adsorpsi berkurang dengan mencolok. Pada adsorpsi kimiawi, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan (Adamson, 1990).

Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat atom atau molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain. Proses adsorpsi dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu :

1. Proses adsorpsi dilakukan dalam suatu bak dengan sistem pengadukan (sistem bath) dimana penyerap yang biasanya berbentuk serbuk dibubuhkan, dicampur dan diaduk dengan air dalam suatu bangunan sehingga terjadi penolakan antara partikel penyerap dengan fluida.
2. Proses adsorpsi yang dijalankan dalam suatu bejana dengan sistem filtrasi, dimana bejana yang berisi media penyerap dialirkan air dengan model pengaliran gravitasi. Jenis media penyerap sering digunakan dalam bentuk bongkahan atau butiran atau granular dan proses adsorpsi biasanya terjadi selama air berada di dalam media penyerap.

#### **D. Isoterm Adsorpsi**

Isoterm adsorpsi menunjukkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi adsorban yang teradsorpsi pada permukaan padatan dengan konsentrasi adsorban yang tetap berada dalam larutan. Kesetimbangan terjadi saat laju pengikatan adsorben terhadap adsorban sama dengan laju pelepasannya (Agustiningtyas, 2012).

Macam-macam isoterm adsorpsi, antara lain :

##### **1. Isoterm Langmuir**

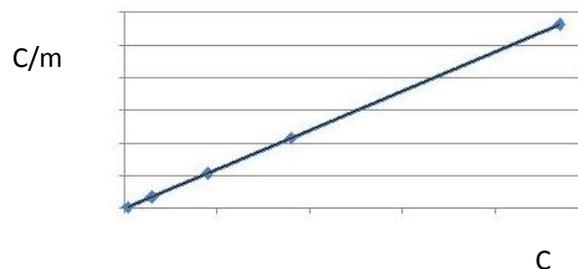
Isoterm Langmuir merupakan isoterm paling sederhana yang didasarkan pada asumsi bahwa setiap tempat adsorpsi adalah ekivalen, dan kemampuan partikel untuk terikat di tempat itu, tidak bergantung pada kedekatan tempat (Atkins, 1989). Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada

permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi.

Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{C}{m} = \frac{1}{bK} + \frac{1}{b}C$$

C adalah konsentrasi kesetimbangan, m adalah jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben (mg/g), b adalah kapasitas serapan maksimum (mg/g) dan K adalah tetapan kesetimbangan (afinitas serapan). Bila data yang diperoleh memenuhi persamaan tersebut di atas, maka plot C/m terhadap C akan menghasilkan garis lurus dengan slope 1/b dan intersep 1/bK. Kurva isoterm adsorpsi Langmuir dapat disajikan seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva Isoterm Langmuir

## 2. Isoterm BET (*Brunauer, Emmet dan Teller*)

Isoterm Langmuir mengabaikan kemungkinan bahwa monolapisan awal dapat berlaku sebagai substrat untuk absorpsi (fisika) selanjutnya. Dalam hal ini, isoterm itu tidak mendatar pada suatu nilai jenuh pada tekanan tinggi tetapi dapat diharapkan naik secara tak terbatas. Isoterm yang paling banyak digunakan dalam pembahasan adsorpsi multilapisan diturunkan oleh Stepher Brunauer, Paul Emmett dan Edward Teller disebut Isoterm BET.

Dalam isoterm BET, volume total yang teradsorpsi sebanding dengan jumlah partikel teradsorpsi (Atkins, 1989).

$$\frac{V}{V_{mon}} = \frac{cz}{(1-z)\{1-(1-c)z\}} \quad z = \frac{p}{p^*}$$

Dengan  $p^*$  merupakan tekanan uap di atas lapisan tebal makroskopis dari cairan murni pada permukaannya,  $V_{mon}$  adalah volume yang sesuai dengan penutupan monolapisan dan  $c$  merupakan konstanta yang nilainya besar jika entalpi desorpsi dari monolapisan lebih besar dibandingkan dengan entalpi penguapan adsorban cair.

Isoterm BET cukup sesuai dengan pengamatan eksperimen pada jarak tekanan terbatas. Pada tekanan rendah isoterm ini menaksir tingkat absorpsi terlalu rendah dan pada tekanan tinggi menaksirnya terlalu tinggi (Atkins, 1989).

### 3. Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich adalah satu dari beberapa persamaan awal yang diusulkan untuk menghubungkan jumlah bahan teradsorpsi terhadap konsentrasi bahan dalam larutan, yang dirumuskan dalam persamaan dibawah ini (Izanloo, 2005).

$$m = k.C^{1/n}$$

keterangan :

$m$  = massa zat teradsorpsi per satuan massa adsorban

$C$  = konsentrasi larutan

$k$  dan  $n$  adalah tetapan.

Karena molekul-molekul dalam zat padat tiap arah sama maka gaya tarik menarik antara satu molekul dengan yang lain di sekelilingnya adalah seimbang. Sebab daya tarik yang satu akan dinetralkan oleh yang lain yang letaknya simetris atau kata lain, resultan gayanya sama dengan nol.

Lain halnya yang ada dipermukaan, gaya-gaya tersebut tidak seimbang karena pada suatu arah di sekeliling tersebut tidak ada molekul lain yang menariknya. Akibatnya zat tersebut akan mempunyai sifat menarik molekul-molekul gas atau solute ke permukaannya, fenomena ini disebut adsorpsi.

## **E. Instrumentasi**

### **1. Diffraksi Sinar-X (XRD)**

Difraksi sinar X (X-ray Diffractometer), atau yang sering dikenal dengan XRD merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Dengan kata lain, teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Kegunaan XRD antara lain :

- a. Membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf
- b. Karakterisasi material kristal

- c. Identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat
- d. Penentuan dimensi-dimensi sel satuan

Karakterisasi ini dilakukan dengan cara menginterpretasi pola difraksi dari hamburan sinar X pada contoh. Sekitar 2 g serbuk contoh dimasukkan ke dalam kuvet aluminium, kemudian permukaan serbuk contoh dipadatkan dan diratakan dengan menggunakan sepotong kaca. Kaca tersebut ditekan sambil digerakkan di atas permukaan kuvet yang berisi serbuk contoh, sehingga serbuk contoh menjadi padat dan permukaannya rata dan sejajar dengan permukaan kuvet, selanjutnya diradiasi dengan sinar X. Penetapan derajat kristalinitas, tinggi ( $L_c$ ), lebar ( $L_a$ ), jarak ( $d$ ) dan jumlah lapisan aromatik ( $N$ ) pada contoh dilakukan sesuai dengan prosedur yang dikembangkan Kercher dan Nagle (2003) (Lempang dkk, 2011).

## 2. X-Ray Fluoresensi (XRF)

X-Ray Fluoresensi (XRF) merupakan salah satu metode analisis tidak merusak digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip Kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari sumber sinar-X. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedang analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar (Kriswarini dkk, 2010).

X-Ray Fluoresensi (XRF) adalah suatu teknik analisis yang menggunakan interaksi sinar X untuk menentukan komposisi unsurnya. XRF secara luas digunakan sebagai alat karakterisasi cepat di banyak laboratorium dan industri di dunia, untuk aplikasi yang beragam seperti metalurgi, forensic, polimer, elektronik, arkeologi, analisis lingkungan, geologi dan pertambangan. Kemajuan terbaru dalam teknologi sinar-x (X-Ray) telah menghasilkan pengembangan instrumen XRF yang mampu menganalisis resolusi dengan kecepatan tinggi, yang sekarang dipakai oleh peneliti dan analis dalam aplikasi dibidangnya masing-masing.

### **3. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)**

Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.75–1.000  $\mu\text{m}$  atau pada bilangan gelombang 13.000–10  $\text{cm}^{-1}$ . Berdasarkan pembagian daerah panjang gelombang sinar inframerah dibagi atas tiga daerah, yaitu daerah infra merah dekat (0.75–2.5  $\mu\text{m}$ ), daerah infra merah pertengahan (2.5–50  $\mu\text{m}$ ), dan daerah infra merah jauh (50–1000  $\mu\text{m}$ ).

Prinsip FTIR adalah ketika sampel berinteraksi dengan sinar (radiasi elektromagnetik), maka ikatan kimia pada panjang gelombang tertentu akan menyerap sinar ini dan akan bervibrasi. Vibrasi ini dapat berupa vibrasi tekuk atau vibrasi ulur. Absorbansi atau vibrasi ini dihubungkan dengan ikatan tunggal atau gugus fungsi dari molekul untuk identifikasi senyawa yang tidak diketahui.

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk contoh dengan kalium bromida (KBr) kering (1 : 99). Campuran serbuk contoh dan KBr kemudian dicetak dan dipadatkan sehingga berbentuk pelet yang tipis, selanjutnya diukur serapannya pada bilangan gelombang 600-4000cm (Hendayana, 1994 dalam Lempang 2011). Berdasarkan penelitian Wayan Sudiarta, Ni Putu Diantariani dan Putu Suarya (2013) daerah Si-O pada  $1096\text{ cm}^{-1}$ .

#### **4. Scanning Electron Microscopy (SEM)**

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembak permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan.

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan zoom-in atau zoom-out. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun

menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer (Mikrajuddin, 2009).

Aplikasi dari teknik SEM diantaranya adalah :

- a. Topografi: Menganalisa permukaan dan teksture (kekerasan, reflektivitas dsb)
- b. Morfologi: Menganalisa bentuk dan ukuran dari sampel
- c. Komposisi: Menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif

## **5. Spektrofotometri**

Spektrofotometri merupakan suatu perpanjangan dari penilaian visual dalam studi yang lebih terperinci mengenai penyerapan energi cahaya oleh zat kimia dengan kecermatan yang lebih besar dalam pencirian dan pengukuran kuantitatif (Underwood, 1986).

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri.

Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorpsi energi. Absorpsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombang dan dialirkan oleh suatu perekam untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda.

Hukum Lambert-Beer : Jika suatu berkas sinar melewati suatu medium homogen, sebagian dari sinar datang ( $I_0$ ) akan diabsorpsi dan sisanya akan di transmisikan ( $I_t$ ).

$$A = \log ( I_0 / I_t ) = a b c$$

Keterangan :

$I_0$  = Intensitas sinar datang

$I_t$  = Intensitas sinar yang diteruskan

$a$  = Adsorptivitas

$b$  = Panjang sel/kuvet

$c$  = konsentrasi (g/l)

$A$  = Adsorbansi

Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum, agar adsorbansi juga maksimum. Aplikasi hukum ini pada metode kuantitatif dilakukan melalui kurva kalibrasi yaitu membuat sederetan larutan standar dan diukur adsorbansinya. Kemudian dibuat persamaan garis regresi liniernya, dan konsentrasi larutan sampel diperoleh dengan mengalurkan Adsorbansi sampel ke persamaan regresi linier tersebut (Iswendi, 2010).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan hal-hal sebagai berikut:

1. Karakterisasi silika alam menggunakan beberapa instrument diantaranya XRD, XRF, FTIR dan SEM menunjukkan bahwa silika alam dari PT. Bratako Bandung memiliki ukuran kristal 144,42 nm dan ukuran butir rata-rata  $77,378 \cdot 10^{-7}$  m sedangkan kadar  $\text{SiO}_2$  97,993%. Hasil pengukuran FTIR menunjukkan regangan asimetri Si-O pada puncak  $1058,84 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1162,51 \text{ cm}^{-1}$  dan regangan simetris Si-O pada puncak  $694,51 \text{ cm}^{-1}$ . Pengukuran dengan SEM menunjukkan morfologi permukaan silika yang cenderung datar, dengan butiran berbentuk acak, tidak beraturan, ukuran bervariasi dan memiliki mikropori.
2. Hasil aktivasi silika alam dengan menggunakan variasi konsentrasi HCl dan KOH menunjukkan bahwa silika alam teraktivasi paling baik pada aktivator HCl 1 M.
3. Perbandingan kapasitas serapan silika sebelum aktivasi dan sesudah aktivasi adalah 5,23 mg/Kg : 11,03 mg/Kg. Silika alam teraktivasi HCl 1 M memenuhi Persamaan Isoterm Langmuir.

#### **B. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk mengaplikasikan penggunaan silika alam sebagai pengisi kolom kromatografi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*. Fifth edition. New York : John Wiley and Sons, Inc.
- Agustiningtyas, Zurida. 2012. *Optomasi Adsorpsi Ion Pb (II) Menggunakan Zeolit Alam Termodifikasi Ditizon*. Skripsi. Bogor : Institut Pertanian Bogor
- Anonim 1. 2007. Struktur Padatan Silikon Dioksida (Situs : Chem-is-try.org).
- Astuti F, Widi dan Widhi Mahatmanti. *Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Timbal dalam Pengolahan Limbah Elektroplating*. Fakultas Teknik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang
- Atkins, P. W, 1989. *Physical Chemistry*. 4th ed. New York: W.H. Freeman.
- Badan Perencanaan Pembangunan Daerah (BPPD). 2012. *Master Plan Percepatan Pembangunan Ekonomi Sumatera Barat (MP3ESB) Tahun 2012-2015*. Pemerintahan Provinsi Sumatera Barat.
- Danarto, YC. 2007. *Kinetika Adsorpsi Logam Berat Cr (VI) Dengan Adsorben Pasir Yang Dilapisi Besi Oksida*. Ekuilibrium. 6 (2) : 65-70 Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Gritter, *et al.*, 1985. *Pengantar Kromatografi*. (Terjemahan : Kosasih Padmawinata). Bandung : ITB
- Hanafiah, Kemas Ali. 2005. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Jakarta : Rajawali Pers.
- Handayani, Murni dan Eko Sulistiyono. 2009. *Uji Persamaan Langmuir dan Freunlich Pada Penyerapan Limbah Chrom (VI) Oleh Zeolit*. Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir. Bandung : PTNBR-BATAN.
- Iswendi, 2010. *Penentuan Kadar Siklamat Pada Minuman Serbuk Sachet Dengan Metode Spektrofotometri*. Laporan Penelitian Dana DIPA. Padang : Universitas Negeri Padang.
- Izanloo, H and S Nasser. 2005. *Cadmium Removal from Aqeous Solutions by Ground Pine Cone*. Iranian Journal Health Sci Eng Vol 2 No.1,pp,33-42.
- Kartika, Dwi dkk. 2010. *Kecepatan Aduk dan Waktu Kontak Optimum Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah*. Molekul, Vol 5No. 1 : 33 – 40