

Optimasi Adsorpsi Ion Cd^{2+} pada Silika Gel-GPTMS (glisidoksilpropiltrimetoksisilan) Termodifikasi Sulfonat

Pebriani¹, Budhi Oktavia*², Edi Nasra³, Riga⁴

^{1,2,3,4}Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar, Padang, Indonesia

*budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

Abstract—Adsorbents that are often used in the adsorption process are silica gels. Silica gel has unique advantages such as being, having ion exchange ability, being stable at high temperatures, not floating on organic solvents, and being easy to modify. But the effectiveness of silica gel adsorption against metal ions is weak, so it needs to be modified on the surface of silica gel. The modifier used is a sulfonate group derived from a 4-amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonate salt using a glycosidoxypyltrimethoxysilane linkage (GPTMS). The purpose of this study is to determine the optimum conditions for the Cd^{2+} ion with variations in Ph and contact time. The results of the study obtained optimal conditions for the absorption of the Cd^{2+} ion at pH 5 and a contact time of 60 minutes with an absorption capacity of 1.58325 mg/g.

Keywords — Adsorption, Cd^{2+} , Modification, Silica gel, Sulfonates

I. PENDAHULUAN

Adsorpsi adalah proses penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain yang disebabkan oleh kekuatan gaya tarik dari permukaan suatu zat. Penyerapan pada proses adsorpsi berfungsi untuk menghilangkan bau, warna, dan material-materil yang sifatnya racun pada permukaan adsorben [1]. Metode adsorpsi memiliki kelebihan dari segi biaya yang lebih ekonomis, prosesnya yang cukup mudah, dan tidak memberikan efek samping berupa zat beracun. Adsorben yang seringkali di gunakan pada proses adsorpsi adalah silika [2].

Mineral yang keberadaanya sangat banyak di permukaan bumi ini adalah silika. Karena banyaknya manfaat yang dimiliki oleh silika sehingga orang-orang banyak menggunakan silika dalam pembuatan pupuk, kaca, alat elektronik, adsorben, dan lain sebagainya [3]. Padatan anorganik yang memiliki sisi aktif siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH) pada permukaannya sehingga dapat digunakan saat proses adsorpsi adalah silika gel [4]. Silika gel sering digunakan sebagai adsorben pada proses adsorpsi dikarenakan mempunyai pori - pori cukup berhubungan pada kesanggupan saat proses mengadsorpsi. Struktur pori yang semakin besar akan mengakibatkan permukaan selika semakin luas juga dan menyebabkan kesanggupan dari proses adsorpsi meningkat [5].

Silika gel memiliki kelebihan yang unik seperti memiliki kemampuan pertukaran ion, stabil pada suhu tinggi, tidak mengambang pada pelarut organik dan mudah dimodifikasi, namun efektivitas penyerapan silika gel terhadap ion logam lemah [6]. Kelemahan silika gel sebagai adsorben dapat diperbaiki dengan memodifikasi permukaan silika

menggunakan gugus organik untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi [7].

Pada penelitian ini untuk meningkatkan efektivitas adsorpsi silika gel terhadap ion logam dapat digunakan garam mononatrium asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat. Memodifikasi menggunakan senyawa ini diperlukan senyawa penghubung atau pereaksi silan. Glisidoksilpropiltrimetoksisilan (GPTMS) merupakan senyawa yang dapat digunakan dalam hal ini [8]. Nantinya senyawa yang akan dihasilkan dalam proses modifikasi ini adalah silika gel termodifikasi sulfonat [9].

Silika termodifikasi sulfonat diharapkan dapat digunakan sebagai fase diam pada kolom kromatografi yang berupa ion, hal ini dikarenakan harga dari resin penukar ion yang cukup mahal. Pada kolom kromatografi terjadi proses pertukaran ion-ion, yaitu ion negatif (anion) ditukar dengan ion negatif dan ion positif (kation) ditukar dengan ion positif. Garam mononatrium asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat yang digunakan dapat berfungsi sebagai gugus fungsi tempat pertukaran dan pemisahan kation, salah satunya kation kadmium (II) atau Cd^{2+} [10].

Kadmium dialam umumnya ditemukan dalam bentuk ion Cd^{2+} . Kadmium termasuk kedalam 5 logam berat yang toksik, logam berat itu yaitu As, Cr, Pb, Hg, dan Cd [11]. Kadmium termasuk unsur yang jumlahnya kecil di alam namun apabila konsentrasi kadmium di atas ambang batas maka akan menyebabkan keracunan bagi makhluk hidup. Apabila terkonsumsi atau terkontaminasi jangka panjang pada manusia kadmium bisa menyebabkan kerusakan pada tulang, jantung, hati, otak, ginjal dan sistem peredaran darah hal ini dikarenakan kadmium bersifat karsinogen. Kadar kadmium

yang dapat diterima oleh tubuh manusia berkisar 400 - 500 μg [12].

II. METODA PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini alat-alat yang digunakan adalah SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) merek Varian AA20, kertas saring, botol semprot, batang pengaduk, statif, klem, buret, pH meter, shaker, botol reagen, neraca analitik, erlenmeyer, gelas ukur, gelas kimia, pipet takar, labu ukur, pipet tetes, kaca arloji, magnetik stirrer, desikator.

Sedangkan bahan yang digunakan dipenelitian ini adalah Silika (*Merck*), 4-amino-5-hidroksi-2,-naftalenadisulfonat (*Merck*), $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, HNO_3 p.a (*Merck*), NaHCO_3 p.a (*Smart-Lab*), HCl p.a (*Merck*), glisidoksi propil trimetoksisilan (GPTMS), toluena (*Smart-Lab*), metanol (*Merck*), aseton (*Smart-Lab*), dietil eter (*Smart-Lab*), aquades.

B. Pembentukan Silika Gel - GPTMS

Menimbang 25 gram silika gel ditambahkan GPTMS 25 mL dan toluena 87,5 mL, kemudian diaduk menggunakan magnetik stirrer pada suhu 90°C dalam 24 jam. Selanjutnya larutan di cuci menggunakan metanol sebanyak 12,5 mL [6].

C. Modifikasi Silika Gel - GPTMS Menggunakan Sulfonat

Menimbang 23 gram Silika gel - GPTMS selanjutnya tambahkan garam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat. Kemudian dilarutkan dengan NaHCO_3 0,1 M stirer pada waktu 20 jam. Setelah itu filtrat dan padatan dipisahkan lalu dibilas menggunakan aquades, aseton, dan dietil eter. Kemudian dikeringkan didalam desikator, diperoleh adsorben Si-SO_3^- (silika sulfonat) [9].

D. Pengaruh pH Larutan Terhadap Penyerapan Ion Cd^{2+}

20 mL larutan Cd^{2+} 10 ppm di variasikan pada pH 2, 3, 4, 5, dan 6 dengan tambahan HNO_3 . Selanjutnya dikontakkan dengan silika sulfonat sebanyak 0,1 gram lalu larutan dishaker dengan kecepatan 150 rpm dengan waktu 60 menit. Saring larutan dengan kertas saring, didapatkan filtrat kemudian analisis dengan spektrum SSA dengan panjang gelombang 228,8 nm [13] sehingga di dapatkan pH optimum.

E. Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Penyerapan Ion Cd^{2+}

20 mL larutan Cd^{2+} 10 ppm diatur pada pH 5, lalu dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer kemudian dikontakkan pada silika sulfonat sebanyak 0,1 gram pada variasi waktu kontak 15, menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit. Shaker dengan kecepatan 150 rpm dan disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang didapat di analisis menggunakan SSA pada panjang gelombang 228,8 nm [13] sehingga di dapatkan waktu kontak yang optimum.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Modifikasi Silika Gel

Dilakukan modifikasi pada permukaan silika gel bertujuan untuk memaksimalkan manfaat pada silika gel itu sendiri. Pada penelitian ini silika gel dimodifikasi menggunakan

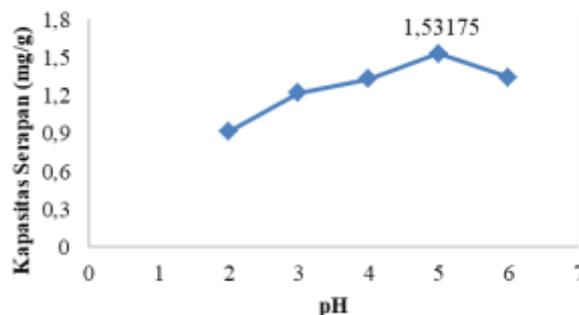
gugus sulfonat yang berasal dari garam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat. Modifikasi menggunakan gugus sulfonat digunakan senyawa penghubung yang mengandung gugus silan yaitu glisidoksi propil trimetoksisilan (GPTMS). Senyawa penghubung ini digunakan karena pada proses silanisasi ada beberapa gugus pembentuk khelat ionnya tidak memiliki gugs fungsi yang reaktif [14].

Penelitian ini, silika gel ditambahkan senyawa GPTMS dan toluena. Toluena berfungsi sebagai pelarut silika gel dan GPTMS [15], kemudian dipanaskan pada suhu 90°C selama 24 jam yang berfungsi untuk memaksimalkan proses pengikatan gugus silan pada silika [15]. Silika gel yang telah mengikat GPTMS selanjutnya dimodifikasi menggunakan senyawa garam 4-amino-5-hidroksi-2,7- naftalenadisulfonat yang telah dilarutkan dengan NaHCO_3 (natrium bikarbonat). Campuran di stirer selama 20 jam bertujuan untuk memaksimalkan pengikatan garam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat dengan GPTMS [9]. Pemoifikasi yang digunakan ini dapat mensubsitisi gugus silanol yang ada pada silika gel. Hasil silika gel termodifikasi diberi notasi -Si-OM. Gugus modifikasi yang terbentuk dapat menjadi tempat penukaran kation, karena terdapat gugus sulfonat yang mampu digunakan sebagai gugus penukar kation [16].

B. Pengaruh pH Larutan pada Penyerapan Ion Cd^{2+} menggunakan Silika Gel -GPTMS Termodifikasi Sulfonat

Faktor yang penting yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi untuk menentukan kondisi optimum adalah pengaruh pH. pH merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi gugus aktif dan kelarutan ion logam yang ada pada adsorben [17]. Pada percobaan ini pH larutan dikontrol dengan melakukan penambahan HNO_3 pada saat mengatur pH.

Tujuan penentuan pH optimum dilakukan untuk mengetahui kapasitas serapan optimum dari larutan Cd^{2+} pada saat adsorpsi. Pengaruh pH ditentukan dengan memvariasikan pH larutan pada pH 2, 3, 4, 5, dan 6. Volume dan massa dari adsorben dibuat tetap, dengan 20 mL dan 0,1 gram. Pengaruh pH saat mengadsorpsi ion Cd^{2+} dapat dilihat pada gambar berikut.



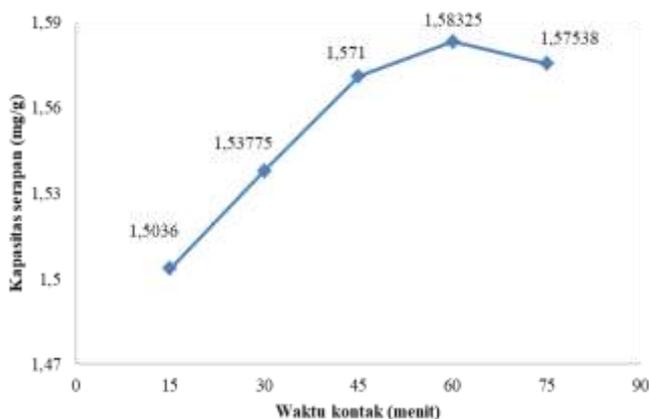
Gambar 1. Pengaruh variasi pH ion Cd^{2+} dengan konsentrasi 10 ppm

Berdasarkan gambar diatas dapat dilihat peningkatan penyerapan terjadi dari pH 2 hingga pH 5. Pada pH 5 dapat dilihat kapasitas serapan paling tinggi dengan hasil serapannya 1,53175 mg/g. Pada pH 2 hingga 4 kapasitas penyerapan yang terserap hanya sedikit dibandingkan pH 5.

Hal ini dikarenakan pada pH 2 hingga 4 banyaknya ion H^+ pada larutan dapat mengakibatkan ion Cd^{2+} berkompetisi dengan H^+ untuk terikat dengan sisi aktif yang terdapat dipermukaan adsorben silika GPTMS-sulfonat [9]. Pada pH 6 kapasitas penyerapan yang diperoleh lebih rendah dibanding pH 5. Karena jenuhnya sisi aktif yang ada dipermukaan adsorben sehingga menyebabkan ion-ion Cd^{2+} tidak bisa berinteraksi dengan sisi aktif tersebut. Penelitian ini tidak dilakukan pada pH basa karena secara teoritis ion Cd^{2+} telah terhidrolisis dan terdapat endapan [18]. Sehingga menyebabkan tidak adanya ion Cd^{2+} yang dapat di serap oleh adsorben.

C. Pengaruh Waktu Kontak pada Penyerapan Ion Cd^{2+} menggunakan Silika Gel –GPTMS Termodifikasi Sulfonat

Waktu kontak merupakan salah satu pengaruh penting dilakukan karena untuk melihat hasil kapasitas maksimum yang diperoleh dengan seberapa lama waktu yang di butuhkan saat berlangsungnya proses adsorpsi [19]. Pada penelitian ini tujuan dilakukan pengaruh waktu kontak untuk menentukan lamanya waktu yang dibutuhkan untuk menyerap ion Cd^{2+} secara maksimal dengan menggunakan adsorben silika-GPTMS termodifikasi sulfonat. Untuk mencapai kesetimbangan pada adsorben maka diperlukan waktu kontak. Waktu kontak yang semakin lama maka mengakibatkan konsentrasi ion Cd^{2+} yang teradsorpsi oleh adsorben silika gel-GPTMS sulfonat semakin besar. Hal ini karena semakin banyaknya kesempatan ion Cd^{2+} bersinggungan dengan permukaan adsorben. Pristiwa ini akan terus menerus terjadi sampai tercapainya kesetimbangan dan waktu kontak maksimum sudah didapatkan, hal ini disebabkan karena pori-pori pada permukaan adsorben telah penuh oleh ion Cd^{2+} [20]. Pada penelitian ini waktu kontak divariasikan dari 15, 30, 45, 60, dan 75 menit dengan pH 5, konsentrasi 10 mg/L dan kecepatan pengadukan 150 rpm. Pengaruh waktu kontak oleh adsorben terhadap ion Cd^{2+} dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 2. Pengaruh variasi waktu kontak terhadap penyerapan ion Cd^{2+} dengan konsentrasi 10 ppm

Berdasarkan gambar diatas dapat dilihat bahwa waktu kontak optimum didapat pada waktu 60 menit dengan pH 5. Kapasitas penyerapan pada waktu optimum diperoleh sebesar 1,58325 mg/g, yang mana proses adsorpsi melambat

disebabkan oleh sisi aktif pada permukaan silika gel termodifikasi sulfonat dengan ion Cd^{2+} telah mengalami kesetimbangan. Peningkatan kapasitas adsorpsi dapat dilihat pada waktu kontak 15 menit hingga 45 menit, hal ini disebabkan sisi aktif pada permukaan silika gel termodifikasi sulfonat masih banyak yang belum ditempati sehingga dapat secara bebas untuk mengikat ion Cd^{2+} [19].

Kapasitas serapan menurun saat waktu kontak 75 menit. Hal tersebut disebabkan karena sisi aktif pada silika gel termodifikasi sulfonat telah jenuh dan mengakibatkan tidak maksimal lagi proses adsorpsi. Penurunan nilai kapasitas serapan ini membuktikan bahwa ion Cd^{2+} telah dilepaskan kembali yaitu terjadinya proses desorpsi [20].

IV. KESIMPULAN

Pengaruh pH larutan dan waktu kontak pada penyerapan ion Cd^{2+} menggunakan adsorben silika gel-GPTMS termodifikasi sulfonat didapatkan dengan kondisi pH 5, waktu kontak 60 menit dan nilai kapasitas serapan adalah 1,58325 mg /g.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih penulis ucapkan kepada Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku dosen pembimbing yang sudah membimbing penulis selama proses penelitian.

REFERENSI

- [1] Underwood A.L & and R. . Day., 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*, ahli bahasa sopyan. Jakarta: Erlangga.
- [2] I. Syaunyah, M. Amalia, and H. A. Kartini, "Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengadukan pada Proses Adsorpsi Limbah Logam Berat," *INFO Tek.*, vol. 12, no. 1, pp. 11–20, 2011.
- [3] B. Oktavia, M. Tilla, E. Nasra, R. Zainul, and M. Amin, "Activation and Modification of Natural Silica for Anion Adsorbent," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1788, no. 1, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1788/1/012013.
- [4] S. Kristianingrum, E. D. Siswani, and A. Fillaeli, "Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel Dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya Terhadap Ion Logam Tembaga (II)," *Jurna Kim.*, no. November, pp. 281–292, 2015.
- [5] E. Y. Erwan and B. Oktavia, "Penentuan Kondisi Optimum Waktu Aging dan Temperatur Pengeringan Pada Sintesis Silika Xerogel dengan Dasar Natrium Silikat dari Silika Alam," *Chem. J. Univ. Negeri Padang*, vol. 11, no. 2, pp. 1–5, 2022.
- [6] Y. Arianti and B. Oktavia, "Optimization of Nitrate and Nitrite Anions Adsorption on Modified Silica using Batch Method," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1940, no. 1, p. 012042, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1940/1/012042.
- [7] N. K. Weni and B. Oktavia, "Optimization of hexavalent chromium ion adsorption using natural silica modified with DMA (Dimethylamine) by batch method," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1788, no. 1, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1788/1/012014.
- [8] S. Sulastri and S. Kristianingrum, "Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan," *Pros. Semin. Nas. Penelitian, Pendidik. dan Penerapan MIPA*, pp. 211–216, 2010.
- [9] C. Azmiyawati, "Modifikasi Silika Gel Dengan Gugus Sulfonat Untuk Meningkatkan Kapasitas Adsorpsi Mg (II)," *Jurnal. Kim. Sains*, vol. VII, no. II, pp. 10–16, 2004.
- [10] A. Setiawan and S. Purwoto, "Pengolahan Air Tanah Berbasis Treatment Resin Penukar," *Teknik*, vol. 17, no. 02, pp. 19–28, 2019.
- [11] Hasrianti, "Adsorpsi Ion Cd^{2+} Pada Limbah Cair Menggunakan Kulit Singkong," *J. Din.*, vol. 40, no. 2, pp. 59–76, 2013.
- [12] S. Indirawati, "Pollution of Pb and Cd and Health Complaints to Communities in the Belawan Coastal Area," *J. Jumantik*, vol. 2, no. 2, pp. 54–60, 2017.

- [13] BSN, "Cara uji kimia bagian 5: Penentuan kadar logam berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada produk perikanan," *Sni 23542011*, no. Cd, p. 6, 2011.
- [14] R. Sefriani and B. Oktavia, "Modification of natural silica using dimethylamine and the application as a phosphate ion absorption," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1788, no. 1, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1788/1/012015.
- [15] I. G. Suka, S. Rohman, and W. Simanjuntak, "Fungsionalisasi Silika Sekam Padi dengan 4-Vinil Piridin Menggunakan Metoda Grafting," *J. Sains MIPA*, vol. 14, no. 1, pp. 20–28, 2008.
- [16] C. Pujiastuti, Y. Ngatilah, K. Sumada, D. I. Putri, and I. Nur, "Removal Impuritis Garam Dengan Metode Batch," *J. Res. Technol.*, vol. 5, no. 1, 2019.
- [17] M. K. Salmariza Sy, Desy Kurniawati, Intan Lestari, H Harmiwati, "Pengaruh pH dan dosis adsorben dari limbah lumpur aktif industri crumb rubber terhadap kapasitas penyerapan ion Cd(II) dan Zn(II)," *J. Litbang Ind.*, vol. 8, no. 2, p. 95, 2018, doi: 10.24960/jli.v8i2.4290.95-104.
- [18] A. Ozer and F. Tumen, "Cd (II) Adsorption from aqueous solution by activated carbon from sugar beet pulp ?? mpregnated with phosphoric acid BY ACTIVATED CARBON FROM SUGAR BEET PULP Ahmet Özer - Fikret Tümen," vol. 12, no. January 2003, 2016.
- [19] M. Mushtaq, H. N. Bhatti, M. Iqbal, and S. Noreen, "Eriobotrya japonica seed biocomposite efficiency for copper adsorption: Isotherms, kinetics, thermodynamic and desorption studies," *J. Environ. Manage.*, vol. 176, pp. 21–33, 2016, doi: 10.1016/j.jenvman.2016.03.013.
- [20] A. S. P. Yasrin, Alimuddin, "Pembuatan Silika Gel Dari Abu Daun Bambu Petung (*Dendrocalamus asper* (Schult. f) Backer ex Heyne) Dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Ion Cd (II)," *J. At.*, vol. 2020, no. 2, pp. 107–113, 2020.