

Penentuan pH dan Waktu Kontak Optimum Penyerapan Ion Zn^{2+} Pada Silika Modifikasi Sulfonat

Vika Trisna Dwi Putri, Budhi Oktavia*, Indang Dewata, Hardeli

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 – Silica gel is one type of silica that can be used as an adsorbent. Silica gel has the ability to adsorb ions because it has two active sides that can be modified, namely the silanol group and siloxane. Silica modification is carried out to increase the adsorption ability of ions, one of which is Zn^{2+} . In modified silica used 4-amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonate compounds as modifiers. In binding silica with modifier compounds, glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPTMS) is added as a connecting compound. The modified silica was characterized by Infra-red spectrometer (FTIR) which showed the presence of sulfonate functional groups at wave number $1501,11\text{ cm}^{-1}$. The results of Zn^{2+} ion adsorption with batch method are analyzed with an Atomic Adsorption Spectrophotometer (AAS) and obtained optimum conditions at pH 6 with an adsorption capacity of 1.257 mg/g with an adsorption percentage of 85,12%, at a contact time of 45 minutes with an adsorption capacity of 1.310 mg/g with an adsorption percentage of 71,29% .

Keywords — Adsorption, Modification, Silica gel, Sulfonate, Zn^{2+}

I. PENDAHULUAN

Logam Zn merupakan logam yang banyak dimanfaatkan pada berbagai industri diantaranya untuk melapisi besi atau baja untuk mencegah perkaratan, bahan baterai, pencetak logam, industri kosmetik, industri plastik, industri karet, industri sabun dan industri tabung. Ion logam Zn banyak terdapat pada berbagai industri sebagai limbah yang dibuang ke perairan. Logam Zn memiliki toksisitas yang sangat tinggi yang dapat mempengaruhi tanaman, hewan dan manusia[1]. Logam Zn merupakan unsur yang dibutuhkan tubuh dalam jumlah yang kecil karena memiliki toksisitas yang tinggi, jika keberadaannya ditubuh melebihi kadar yang telah ditentukan dapat menimbulkan efek pusing, lesu dan gangguan pada pencernaan. Oleh karena itu keberadaan logam Zn di perairan perlu diperhatikan agar tidak menimbulkan gangguan pada kesehatan. Adapun cara untuk menanggulangi dampak yang disebabkan yaitu dengan melakukan adsorpsi terhadap ion logam Zn.

Adsorpsi merupakan proses penyerapan pada komponen yang memiliki fase fluida dipindahkan secara selektif ke partikel yang tidak larut. Metode adsorpsi cukup murah dan memiliki proses yang sederhana[2]. Proses adsorpsi dilakukan berdasarkan interaksi antara logam dengan gugus fungsional pada adsorbat[3]. Pada proses adsorpsi harus terdapat adsorben yang digunakan untuk memfasilitasi penyerapan. Kemampuan adsorben untuk melakukan penyerapan terhadap adsorbat dipengaruhi oleh luas permukaan adsorben. Kapasitas penyerapan pada adsorben menunjukkan banyaknya gugus yang dapat ditukar[4]. Silika gel merupakan material

berpori sehingga dapat dimanfaatkan pada proses adsorpsi sebagai adsorben [5].

Silika merupakan unsur berwarna putih yang sangat banyak ditemui dalam berbagai bentuk[6]. Silika banyak terdapat dalam berbagai bentuk, silika yang terdapat di alam umumnya memiliki struktur kristalin, sementara silika yang disintesis memiliki struktur amorf[7]. Silika merupakan senyawa yang keras karena memiliki ikatan kovalen pada silikon-oksigen yang sangat kuat[8]. Silika merupakan material yang banyak diaplikasikan pada optoelektronik. Silika umumnya digunakan sebagai prekursor dalam pengaplikasiannya[9]. Pemanfaatan silika sangat banyak diberbagai bidang diantaranya sebagai bahan utama industri gelas, kaca dan bahan baku pembuatan sel surya[10]. Silika juga banyak terdapat pada alat elektronik, pupuk dan banyak lagi. Karena banyaknya pemanfaatan silika, maka diperlukan pengembangan agar penggunaan silika tidak terganggu oleh pengotornya[11]. Silika merupakan polimer dari tetrahedral SiO_4 yang antara oksigen satu tetrahedral terikat dengan atom silikat tetrahedral lain membentuk polihedral tiga dimensi. Antar polihedral akan terikat membentuk rangka silika yang menyebabkan adanya pori pada permukaan silika sehingga molekul lain dapat masuk pada proses adsorpsi[12]. Pada silika gel terdapat gugus silanol (Si-OH) bebas dan siloksan (Si-O-Si) sebagai sisi aktif sehingga sering dimanfaatkan pada proses adsorpsi untuk penyerapan ion logam. Terdapat dua struktur pada gugus siloksan yaitu berantai lurus dan berstruktur lingkaran. Struktur siloksan dengan rantai lurus hanya reaktif terhadap logam alkali tanah[13]. Ukuran partikel

silika yang digunakan sebagai adsorben pada proses adsorpsi akan mempengaruhi efektifitas dalam pemisahan[14]. Daya serap silika gel sebagai adsorben rendah dikarenakan sifat keasaman yang rendah dan memiliki atom atom donor lemah. Oleh karenanya diperlukan modifikasi untuk meningkatkan efektifitas penyerapan terhadap permukaan silika gel[15].

Modifikasi silika dapat dilakukan dengan menambahkan senyawa organik karena memiliki afinitas yang baik terhadap silika. Modifikasi silika dengan bahan organik dilakukan untuk mendapatkan adsorben berfasa padat dengan selektivitas yang tinggi dan memiliki kestabilan kimia dan termal yang lebih baik[16]. Senyawa organik yang digunakan untuk memodifikasi silika dapat mengubah sifat silika gel dengan mengisolasi senyawa non polar menjadi semi polar [17]. Pada penelitian yang dilakukan oleh Oktavia, B dkk. (2022) telah memodifikasi silika gel dengan senyawa dimethylamine (DMA), namun pengikatan langsung antara silika gel dengan senyawa organik dinilai kurang efektif sehingga digunakan senyawa glysidoksi propiltrimetoksisilane (GPTMS) sebagai senyawa penghubung yang memiliki gugus epoksi [18].

Pada penelitian ini dilakukan adsorpsi ion logam Zn^{2+} dengan silika gel yang dimodifikasi dengan menambahkan senyawa garam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat dengan menggunakan senyawa penghubung glysidoksi propiltrimetoksisilane (GPTMS). Modifikasi ini akan menghasilkan silika-gptms dimodifikasi sulfonat. Gugus sulfonat dapat memperbanyak ion O^- yang dihapakan dapat meningkatkan kemampuan untuk mengikat mengikat ion Zn^{2+} .

II. METODA PENELITIAN

Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan beberapa peralatan diantaranya yaitu FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) tipe PerkinElmer Universal ATR Accessory (UATR), XRF (*X-Ray Fluorencence*) tipe EPSILON-3, SSA (Spektrofotometer Serapan Atom) merek Simadzu, desikator, pH meter, oven, termometer, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, *shaker*, dan peralatan kaca.

Untuk bahan yang diperlukan yaitu silika gel, GPTMS (Sigma A), senyawa garam asam 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat (Merck), $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, HNO_3 p.a (Merck), NaOH p.a (Merck), metanol p.a (Merck), aquades, aseton p.a (Smart-lab), toluena p.a (Smart-lab), dietil eter p.a (Smart-lab), HCl p.a (Merck), natrium tiosulfat p.a (Merck), dan Natrium bikarbonat p.a (Smart-lab).

Prosedur Kerja

A. Modifikasi Silika Gel dengan Sulfonat

1. Pengikatan GPTMS Pada Silika Gel

Silika gel direaksikan dengan GPTMS dan toluen. Campuran dishaker pada suhu $90^\circ C$ dengan selama 24 jam sehingga diperoleh silika-gptms. Silika-gptms yang didapat dicuci dengan metanol kemudian dikeringkan [18].

2. Pengikatan Gugus Sulfonat Pada Silka-GPTMS

Silika-gptms ditambahkan dengan senyawa garam 4-amino 5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat yang dilarutkan dalam natrium bikarbonat 0,1 M yang kemudian direkasikan selama 20 jam. Kemudian dilakukan penyarian untuk memisahkan padatan dan filtrat. Hasil yang diperoleh dicuci menggunakan aquades, aseton dan dietil eter. Lalu dilakukan pengeringan menggunakan deksikator, hingga diperoleh Silika-Sulfonat[19].

B. Adsorpsi Kation Zn^{2+} pada Silika-gptms Dimodifikasi Sulfonat

1. Penentuan pH Optimum

Proses adsorpsi ion Zn^{2+} dilakukan dengan menggunakan sistem batch. Adsorben kemudian ditambahkan dengan larutan logam Zn^{2+} dengan konsentrasi 10 ppm dengan kondisi pH yang telah diatur menjadi pH 4, 5, 6, 7 dan 8 kemudian dikontak dengan *shaker* dengan waktu kontak 60 menit pada kecepatan 150 rpm. Kemudian campuran disaring untuk memisahkan filtrat dan endapan. Filtrat dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

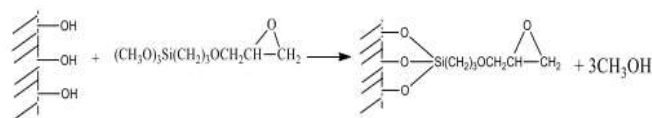
2. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Adsorben silika-gptms dimodifikasi sulfonat ditambahkan 20 mL larutan Zn^{2+} dengan konsentrasi 10 ppm dengan pH yang diatur pada pH optimum kemudian dikontakkan menggunakan *shaker* pada kecepatan 150 rpm. Pengotakan dilakukan selama 15, 30, 45, 60 dan 75 menit. Kemudian campuran disaring hingga diperoleh filtrat yang akan dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Silika gel merupakan unsur yang dapat digunakan sebagai adsorben karena memiliki gugus silanol (Si-OH) dan Siloksan (Si-O-Si) sebagai sisi aktif. Kemampuan silika untuk melakukan penyerapan dapat ditingkatkan dengan melakukan modifikasi gugus -OH yang terdapat pada silika menjadi gugus lain yang lebih aktif [13].

Modifikasi silika gel menggunakan gugus sulfonat dilakukan dengan penambahan senyawa glysidoksi propilmetoksisilane (GPTMS) yang dimanfaatkan sebagai senyawa penghubung, sehingga gugus silanol dari silika gel akan membentuk ikatan dengan O^- yang berasal dari gugus metoksi membentuk silika-epoksi dengan produk samping metanol, sesuai dengan persamaan:



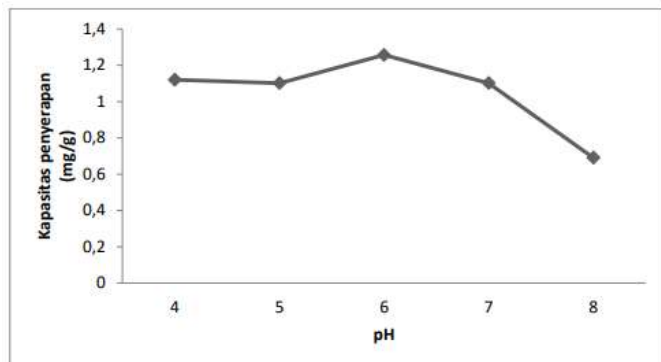
Gambar 1. Reaksi silika gel dengan GPTMS

Silika-GPTMS yang telah terbentuk direaksikan dengan senyawa organik 4-amino-5-hidroksi-2,7-naftalenadisulfonat dan gugus fungsionalnya dianalisis dengan menggunakan XRF

yang menunjukkan komposisi unsur pada silika yang tidak dimodifikasi dan silika yang telah dimodifikasi yang menunjukkan adanya penambahan unsur sulfur yang berasal dari penambahan garam sulfonat dan spektrofotometer infra merah untuk membuktikan bahwa gugus sulfonat sudah terikat pada silika-GPTMS yang dibuktikan dengan terdapatnya puncak pada bilangan gelombang $1501,11\text{ cm}^{-1}$.

A. Penentuan pH Optimum

Untuk uji adsorpsi digunakan metode Batch dengan pH larutan divariasikan menjadi 4, 5, 6, 7 dan 8. Massa adsorben dan volume logam yang digunakan yang dibuat tetap.

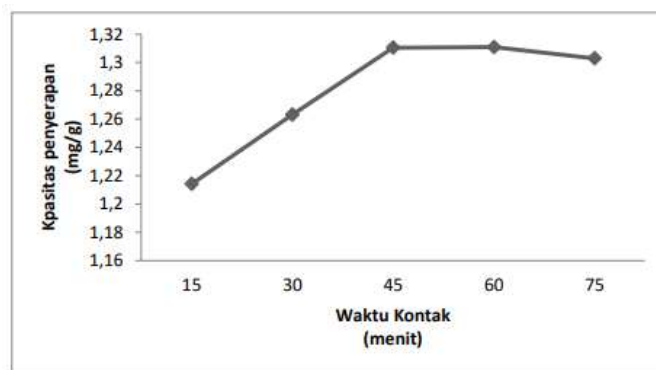


Gambar 2. Pengaruh pH terhadap penyerapan ion Zn^{2+} pada silika-GPTMS-sulfonat

Berdasarkan gambar di atas ditunjukkan bahwa kapasitas penyerapan silika-gptms dimodifikasi dengan sulfonat paling banyak pada pH 6 sebanyak 1,257 mg/g dengan persentase 85,12%. Pada pH 8 terjadi penurunan kapasitas penyerapan yang cukup signifikan dengan kapasitas penyerapan 0,690 mg/g dengan persentase penyerapan 81,60% yang dapat terjadi karena pada pH basa logam sudah membentuk hidroksida sehingga penyerapan tidak terjadi secara optimal.

B. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Peningkatan kapasitas penyerapan pada proses adsorpsi dapat disebabkan karena semakin lamanya dilakukan pengontakan[20]. Pengontakan yang terlalu lama dapat menyebabkan penurunan kapasitas penyerapan. Waktu kontak optimum ditentukan dengan melakukan beberapa variasi yaitu selama 15, 30, 45, 60 dan 75 menit dengan pH 6 dan konsentrasi 10 ppm. Kecepatan pengadukan yang digunakan selama pengontakan yaitu 150 rpm. Pengaruh waktu kontak terhadap penyerapan ion Zn^{2+} dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 3. Waktu kontak optimum terhadap penyerapan kation Zn^{2+} pada silika-GPTMS-sulfonat

Berdasarkan gambar di atas, terlihat bahwa waktu kontak optimum pada penyerapan ion Zn^{2+} terjadi pada menit ke 45 pada pH dengan kapasitas penyerapan 1,310 mg/g dengan persentase penyerapan 71,29% karena telah terjadi kesetimbangan pada permukaan silika-gptms yang dimodifikasi sulfonat. Pengontakan adsorben dengan ion logam yang terlalu lama juga dapat menyebabkan penurunan kapasitas penyerapan[21]. Pada menit ke 60 dan 75 terjadi penurunan dan cenderung konstan dikarenakan pengontakan dilakukan terlalu lama maka kapasitas penyerapan ion Zn^{2+} akan semakin menurun, hal ini terjadi karena sisi aktif adsorben telah jenuh.

IV. KESIMPULAN

Adsorpsi ion Zn^{2+} pada silika-gptms dimodifikasi sulfonat mengalami peningkatan. Dari hasil penelitian ini didapat kesimpulan bahwa adsorpsi ion Zn^{2+} pada silika gel dimodifikasi sulfonat diperoleh kondisi optimum pada pH 6 dengan kapasitas penyerapan 1,257 mg/g dengan persentase 85,12% dan waktu kontak 45 menit dengan kapasitas penyerapan 1,310 mg/g dengan persentase penyerapan 71,29%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih penulis ucapkan kepada staf dosen dan PLP Departemen Kimia dan teman-teman yang telah membantu pada penelitian ini.

REFERENSI

- [1] M. F. Mubarak, N. Shehata, and H. A. Ahmed, "Adsorption Mechanism For Mitigation Of Toxic Zn^{2+} From Synthetic Polluted Water Onto Blended Composite Of Chitosan/Kaolinite," *J. Chem. Technol. Metall.*, vol.56, no. 1, pp. 133–143, 2020.
- [2] I. Syaquiah, M. Amalia, and H. A. Kartini, "Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengadukan Pada Proses Adsorpsi," *Info Tek.*, vol. 12, no. 1, pp. 11–20, 2011.
- [3] W. Stumm and J. J. Morgan, "Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters," *Aquat. Chem.*, pp. 1022, 1996.
- [4] I. F. Hasibuan, E. Tandy, and H. Harahap, "Pemanfaatan Limbah Lateks Karet Alam Dengan Pengisi Bubuk Pelepah Pisang Sebagai Adsorben Minyak," *J. Tek. Kim. USU*, vol. 1, no. 2, pp. 39–44, 2012, doi: 10.32734/jtk.v1i2.1417.
- [5] P. K. Jal, S. Patel, and B. K. Mishra, "Chemical modification of silica surface by immobilization of functional groups for extractive concentration of metal ions," *Talanta*, vol. 62, pp. 1005–1028, 2004.

- doi: 10.1016/j.talanta.2003.10.028.
- [6] N. Sapawe *et al.*, "ScienceDirect Synthesis of green silica from agricultural waste by sol-gel method," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 10, pp. 21861–21866, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.07.043.
- [7] S. Sulastri and S. Kristianingrum, "Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan," *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA.*, pp. 211–216, 2010.
- [8] K. Askaruly, S. Azat, Z. Sartova, M. Yeleuov, A. Kerimkulova, and K. Bekseitova, "Obtaining and characterization of amorphous silica from rice husk," *J. Chem. Technol. Metall.*, vol. 55, no. 1, pp. 88–97, 2020.
- [9] M. F. Anuar, Y. W. Fen, M. H. M. Zaid, K. A. Matori, and R. E. M. Khaidir, "Synthesis and structural properties of coconut husk as potential silica source," *Results Phys.*, vol. 11, no. July, pp. 1–4, 2018, doi: 10.1016/j.rinp.2018.08.018.
- [10] S. Hadi, "Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar menggunakan Metode Kopresipitasi," *J. Fisika dan Aplikasinya.*, vol. 7, no.2, pp. 7–10, 2011.
- [11] 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.
- [12] Y. C. Danarto, "Kinetika Adsorpsi Logam Berat Cr(VI) Dengan Adsorben Pasir Yang Dilapisasi Besi Oksida," *Ekulilibrium*, vol. 6 no. 2, 2007.
- [13] P. A. Handayani, E. Nurjanah, and W. D. P. Rengga, "Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Menjadi Silika Gel," *JBAT 4 (2)*, pp. 55-59, 2015
- [14] B. Oktavia and R. Prasmi Kardi, "Fabrication of methacrylate polymer-based on the silica capillary modified with dimethylamine," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1481, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1481/1/012016.
- [15] S. Dash, S. Mishra, S. Patel, and B. K. Mishra, "Organically modified silica : Synthesis and applications due to its surface interaction with organic molecules," *Advances in Colloid and Interface Science.*, vol. 140, pp. 77–94, 2008, doi: 10.1016/j.cis.2007.12.006.
- [16] N. Shams Jalbani *et al.*, "Synthesis of new functionalized Calix[4]arene modified silica resin for the adsorption of metal ions: Equilibrium, thermodynamic and kinetic modeling studies," *J. Mol. Liq.*, vol. 339, p. 116741, 2021, doi: 10.1016/j.molliq.2021.116741.
- [17] I. S. Pertama, T. A. Zahara, and N. Wahyuni, "Optimasi Waktu Kontak dan Suhu Pengeringan Modifikasi Silika Gel," *JKK.*, vol. 3, no. 4, pp. 39–45, 2014.
- [18] 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.
- [19] C. Azmiyawati, "Modifikasi Silika Gel dengan Gugus Sulfonat untuk Meningkatkan Kapasitas Adsorpsi Mg(II)," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 7, no. 1, pp. 10–16, 2004, doi: 10.14710/jksa.7.1.10-16.
- [20] F. Anggrenistia, N. Wahyuni, and T. A. Zaharah, "Adsorpsi Ion Logam Zn (II) Menggunakan Biomassa Chlorella sp. Yang Dimobilisasi Pada Silika Gel," *J. Kim. Khatulistiwa*, vol. 4, no. 3, pp. 94–99, 2015.
- [21] R. T. Windiastuti and T. Santoso, "Determination of Optimum pH and Contact Time from the Adsorption Process of Cu(II) Ions by Corn Cob (Zea mays) Biomass," *J. Akad. Kim.*, vol. 9, no. 4, pp. 224–229, 2011, doi: 10.22487/j24775185.2020.v9.i4.pp224-229.