

# Adsorpsi Ion Logam Ni<sup>2+</sup> oleh Silika-GPTMS Termodifikasi Sulfonat

Dwi Ramadhani, Budhi Oktavia\*, Desy Kurniawati, Sri Benti Etika

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 is a compound that has two active sides, namely silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) which have not been effective as adsorbents so modifications are made. Silica is modified using monosodium salt 4-Amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid which is reacted first with GPTMS (glycidoxypropyltrimethoxysilane) as a connecting bridge to produce sulfonate-modified silica-GPTMS adsorbent. The purpose of this modification is that sulfonate-modified silica-GPTMS are made to adsorb Ni<sup>2+</sup> metal ions under optimum conditions at pH, contact time and concentration. The adsorption process is carried out using the batch method by seeing how much adsorbent adsorption capacity is made against the absorption of metal ions. The characterization used is an FTIR (Fourier Transform-Infrared) spectrophotometer in the analysis of the adsorbent manufacturing process and SSA (Atomic Absorption Spectrophotometry) to see the results of metal ion absorption. The results obtained according to research that has been conducted show the adsorption of sulfonate-modified silica-GPTMS against the absorption of Ni<sup>2+</sup> metal ions at optimum conditions is at pH 3 and contact time for 45 with absorption capacities of 1.5265 mg/g and 1.5826 mg/g respectively.

**Keywords** — Adsorption, Ni<sup>2+</sup> Metal Ions, Silica-GPTMS Sulfonate Modified

## I. PENDAHULUAN

Silika adalah salah satu bahan baku penting yang banyak digunakan diberbagai industri seperti deterjen, keramik, elektronik, farmasi, biomedis, adsorpsi, perekat, bahan komposit, pengering, dan *silicon produks* [1]. Pengotor-pengotor didalam silika mampu mengganggu penggunaannya sehingga untuk pemanfaatannya dibutuhkan teknologi yang sangat handal [2]. Silika memiliki sifat hidrofilik, inert, stabil pada suhu tinggi dan relatif tidak mengembang dalam pelarut organik, karena itu silika dapat digunakan sebagai adsorben. Ada dua sisi aktif yang ada pada permukaan silika yaitu siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH) yang menunjukkan sifat adsorptif silika. Silika sebagai adsorben kurang efektif untuk melakukan penyerapan sehingga perlu dilakukannya modifikasi agar lebih maksimal dengan menambahkan bahan tertentu pada permukaan silika tersebut. Bahan yang digunakan harus bersifat mampu mengikat atau berikatan dengan satu atau lebih ion logam sehingga dapat meningkatkan adsorpsi [3].

Silika tidak dapat langsung berikatan dengan senyawa organik sehingga digunakan bantuan senyawa penghubung yaitu GPTMS (*glycidoxypropyltrimethoxysilane*). Silika yang telah dihubungkan dengan senyawa GPTMS dapat dimodifikasi dengan gugus sulfonat yaitu salah satunya senyawa garam mononatrium *4-Amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid* sehingga dapat digunakan sebagai adsorben ion logam nikel (Ni<sup>2+</sup>). Adsorpsi adalah suatu proses penyerapan pada substansi yang ada dalam larutan yang dilakukan oleh benda penyerap pada permukaannya sehingga

terjadinya suatu ikatan kimia atau fisika antara zat penyerap dengan substansi [4]. Beberapa dekade terakhir, banyak adsorben sudah diidentifikasi, seperti zeolite [5], Senyawa berbasis kitosan [6], nanotube karbon [7], lignin dan turunannya [8], silika-GPTMS-*Dimethylamine* [9]

Ion logam nikel (Ni<sup>2+</sup>) dan senyawanya memiliki sifat karsinogenik yang merupakan salah satu polutan berbahaya sehingga dapat menimbulkan kematian. Logam Nikel dalam bentuk Nikel-sulfida dapat menyebabkan kanker rongga hidung, kanker paru-paru, dan juga bisa mengakibatkan kanker pita suara. Berdasarkan Baku Mutu di dalam limbah cair perairan diizinkan sebanyak 1,0 mg per liter kadar ion logam nikel (Ni<sup>2+</sup>) [10].

Adsorpsi ion logam Ni<sup>2+</sup> menggunakan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat yang mana nantinya silika termodifikasi bisa digunakan sebagai resin penukar ion pada kolom kromatografi. Harga resin yang sangat mahal sehingga silika termodifikasi sulfonat bisa menjadi alternatif penggantinya. Pada ini dilakukan karakterisasi dengan menggunakan instrumen FTIR (*Fourier Transform-Infrared*), dan SSA (Spektrofotometri Serapan Atom). Modifikasi silika dengan silika sulfonat sebagai adsorben ion Ni<sup>2+</sup> belum ada yang meneliti, sehingga perlu dilakukan penelitian yang bertujuan optimasi adsorpsi ion logam Ni<sup>2+</sup> menggunakan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat.

## II. METODA PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan peralatan diantaranya yaitu *magnetic stirrer*, pH meter, kertas pH, peralatan gelas, kertas saring whattman (125 mm), *hot plate*, neraca analitik, botol semprot, termometer, alat titrasi potensiometri dan instrumen FTIR, XRF dan SSA.

Bahan penelitian yang digunakan diantaranya silika, GPTMS, garam mononatrium *4-Amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid*, aquades, HCl,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , methanol, toluen, dietil eter, aseton dan natrium trisulfat, dan  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

### B. Prosedur Kerja

#### 1. Modifikasi Silika-GPTMS Termodifikasi Sulfonat

Timbang 25 g silika kemudian ditambahkan 25 mL GPTMS dan 87,5 mL toluena lalu aduk pada suhu  $90^\circ\text{C}$  selama 24 jam hingga terbentuk padatan kemudian dicuci menggunakan methanol [9]. Karakterisasi hasil silika-GPTMS dengan FTIR. Silika-GPTMS sebanyak 23 gram yang telah jadi direaksikan dengan 11,5 gram *4-Amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid* pada larutan natrium bikarbonat 3 M sebanyak 23 mL dan diaduk selama 20 jam. Selanjutnya disaring untuk memisahkan endapan padatan dengan filtratnya. Endapan dicuci menggunakan aquades, aseton, dietil eter dan disimpan dalam desikator untuk pengeringan [11]. Karakterisasi dengan FTIR.

#### 2. Pengaruh pH Larutan Adsorpsi $\text{Ni}^{2+}$

Atur keasaman pada pH 2 dari larutan  $\text{Ni}^{2+}$  sebanyak 20 mL dengan konsentrasi 10 ppm menggunakan larutan HCl. Kemudian dimasukkan ke dalam erlemeyer 100 mL dengan 0,1 g adsorben. Aduk larutan dengan kecepatan 150 rpm selama 60 menit. Kemudian larutan disaring dan filtrat yang didapatkan dianalisis dengan SSA. Lakukan dengan perlakuan yang sama pada pH 3, 4, 5, dan 6.

#### 3. Pengaruh Waktu Kontak Adsorpsi $\text{Ni}^{2+}$

Larutan dari  $\text{Ni}^{2+}$  sebanyak 20 mL pada konsentrasi 10 ppm dengan pH optimum dimasukkan ke dalam erlemeyer 100 mL dan ditambahkan 0,1 g adsorben, diaduk masing-masing erlemeyer dengan kecepatan 150 rpm selama 15 menit. Kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan SSA. Lakukan perlakuan yang sama pada waktu 30, 45, 60, dan 75 menit.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Modifikasi Silika-GPTMS Termodifikasi Sulfonat

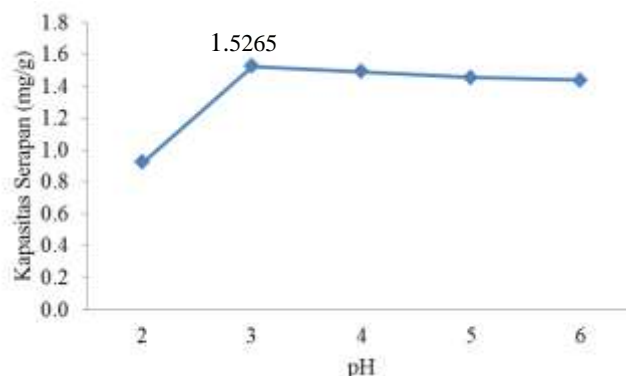
Pada penelitian ini, silika ditambahkan senyawa penghubung yaitu GPTMS dan toluena anhidrat yang dipanaskan pada suhu  $90^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Fungsi dilakukannya pemanasan adalah untuk memaksimalkan proses pengikatan gugus silan pada silika. Silika yang sudah terikat dengan GPTMS ditambahkan garam mononatrium *4-Amino-5-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid* pada larutan natrium bikarbonat. Campuran tersebut diaduk selama 20 jam

supaya pengikatan garam sulfonat pada Silika-GPTMS terikat secara maksimal.

Silika dimodifikasi terjadi reaksi antara gugus  $-\text{NH}_2$  (amina) dari senyawa pemodifikasinya dengan gugus epoksi dari senyawa penghubung GPTMS. Gugus epoksi diserang oleh ion  $\text{H}^+$  dari gugus  $\text{NH}_2$  senyawa sulfonat mengakibatkan terbukanya gugus epoksi karena adanya asam. Terbukanya gugus epoksi sehingga atom C bermuatan positif karena kehilangan 1 elektron. N dari senyawa pemodifikasi menjadi bermuatan negatif karena kelebihan elektron menyerang  $\text{C}^+$  dari silika-GPTMS. Hasil reaksi modifikasi menghasilkan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat, gugus sulfonat tersebut yang dapat digunakan sebagai gugus penukar kation pada proses adsorpsi.

### B. Pengaruh pH Larutan pada Adsorpsi $\text{Ni}^{2+}$

Penentuan pH optimum ditentukan untuk mengetahui berapa besar kapasitas serapan optimum pada proses adsorpsi. Variasi pH yang dilakukan dapat mengubah konsentrasi dari ion  $\text{H}^+$  pada larutan.



Gambar 1. Pengaruh pH terhadap penyerapan ion logam  $\text{Ni}^{2+}$  menggunakan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat

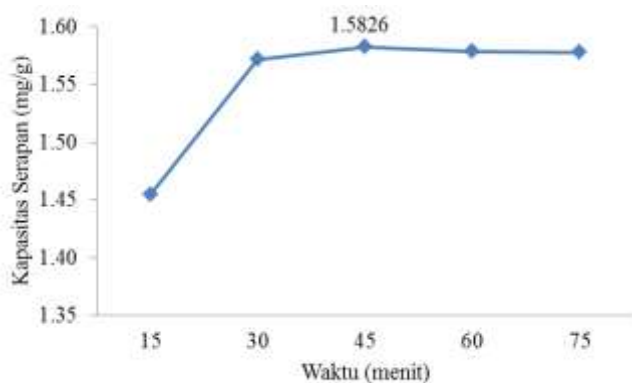
Berdasarkan Gambar 1, dapat dilihat adsorpsi ion logam nikel ( $\text{Ni}^{2+}$ ) dari pH 2-3 mengalami kenaikan dan pada pH 4-6 terjadinya penurunan kapasitas serapan pada proses adsorpsi. Kapasitas penyerapan terbesar ditunjukkan pada kondisi larutan pH 3 sebesar 1.5265 mg/g dengan persentase penyerapan sebesar 77.45 %. Pengaruh pH larutan sangat perlu, karena ketika terikatnya ion logam nikel ( $\text{Ni}^{2+}$ ) pada gugus sulfonat ( $\text{SO}^{3-}$ ) melibatkan proses pertukaran ion dengan  $\text{Na}^+$ .

pH larutan dalam suasana sangat asam yaitu pH 2, akan banyak jumlah proton  $\text{H}^+$  yang dapat terikat dengan gugus sulfonat ( $\text{SO}^{3-}$ ), sehingga terjadinya persaingan antara ion hidrogen ( $\text{H}^+$ ) dengan ion logam  $\text{Ni}^{2+}$  untuk menempati gugus sulfonat dari silika-GPTMS termodifikasi sulfonat, maka menyebabkan rendahnya kapasitas adsorpsi pada pH 2. Kenaikan pH larutan meningkat seiring berkurang atau lemahnya ion  $\text{H}^+$  dalam larutan dan menjadi bertambahnya ion  $\text{OH}^-$ , sehingga pada kondisi ini  $\text{OH}^-$  semakin kuat dan mudah untuk berinteraksi membentuk ikatan ionik. Interaksi tersebut terjadi terhadap pH yang mendekati basa menyebabkan turunnya adsorpsi ion  $\text{Ni}^{2+}$  oleh adsorbennya [10]. Kapasitas

penyerapan optimum pada pH 3 yang terlihat pada gambar 1, karena ketika keadaan tersebut di dalam larutan jumlah proton dan OH<sup>-</sup> tidak banyak atau seimbang sehingga ion Ni<sup>2+</sup> lebih optimum terikat dengan gugus sulfonat (SO<sup>3-</sup>).

### C. Pengaruh Waktu Kontak Larutan pada Adsorpsi Ni<sup>2+</sup>

Pada proses adsorpsi pengaruh waktu kontak sangat penting saat terjadinya adsorpsi dengan metode batch. Pengaruh waktu kontak menetapkan besarnya kapasitas adsorpsi optimum dilihat dari beapa lama yang dibutuhkan oleh sisi aktif pada adsorben untuk mengikat ion logam secara maksimum pada proses adsorpsi [12].



Gambar 2. Pengaruh waktu kontak terhadap penyerapan ion logam Ni<sup>2+</sup> menggunakan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat

Berdasarkan grafik diatas, menunjukkan bahwa waktu kontak optimum terhadap penyerapan ion logam Ni<sup>2+</sup> adalah 45 menit pada pH 3 dengan kapasitas penyerapannya sebesar 1.5826 mg/g yang mana proses penyerapan melambat dikarenakan sisi aktif pada permukaan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat dengan ion Ni<sup>2+</sup> telah mengalami kesetimbangan. Semakin lamanya waktu kontak adsorpsi terjadi, maka semakin besar kemampuan silika-GPTMS termodifikasi sulfonat untuk mengikat ion logam Ni<sup>2+</sup> [13].

Peningkatan kapasitas adsorpsi pada waktu kontak 15-45 menit. Kenaikan tersebut disebabkan sisi aktif SO<sup>3-</sup> pada silika-GPTMS termodifikasi sulfonat masih belum banyak ditempati sehingga secara bebas mengikat ion logam Ni<sup>2+</sup> [14]. Apabila waktu yang digunakan terlalu lama maka efisiensi adsorpsi ion Ni<sup>2+</sup> akan menurun. Pada waktu kontak 60-75 menit penyerapan mengalami penurunan disebabkan sisi aktif adsorben sudah jenuh atau telah terjadinya kesetimbangan antara ion Ni<sup>2+</sup> dengan silika termodifikasi sulfonat, yang berarti pada keadaan setimbang dimana adsorben tidak dapat lagi menyerap adsorbat sehingga semakin kecil yang terjerat pada adsorben. Hal tersebut juga bisa terjadinya peristiwa desorpsi yaitu lepas kembali ion logam Ni<sup>2+</sup> yang telah terikat pada sisi aktif adsorben akibat karena terlalu lamanya waktu pengontakkan [15].

## IV. KESIMPULAN

Penyerapan kation logam Ni<sup>2+</sup> oleh silika-GPTMS termodifikasi sulfonat kondisi optimum dari parameter pH dan waktu kontak pada penelitian ini adalah pH optimum larutan adsorbat 3 dengan kapasitas serapan sebesar 1,5265 mg/g, dan waktu kontak optimum penyerapan ion logam Ni<sup>2+</sup> selama 45 menit dengan kapasitas serapan sebesar 1,5716 mg/g.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih penulis ucapkan atas terlaksananya penelitian ini kepada Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang yang telah menyediakan fasilitas selama penelitian ini. Dan juga ucapan terimakasih kepada Staf Pengajar Departemen Kimia, FMIPA Universitas Negeri Padang serta teman-teman semua pihak yang telah membantu penelitian ini.

## REFERENSI

- [1] S. Samuel, S. Michael, and B. Oji, "Nano-Structures & Nano-Objects Effects of process variable on synthesis and characterization of amorphous silica nanoparticles using sodium silicate solutions as precursor by sol – gel method," *Nano-Structures & Nano-Objects*, vol. 25, p. 100625, 2021, doi: 10.1016/j.nanoso.2020.100625.
- [2] 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.
- [3] S. Sulastris and S. Kristianingrum, "BERBAGAI MACAM SENYAWA SILIKA: SINTESIS, KARAKTERISASI DAN PEMANFAATAN," pp. 211–216, 2010.
- [4] D. Kristina, S. B. Etika, E. Nasra, and B. Oktavia, "Pengaruh Kecepatan Pengadukan dan Waktu Kontak Terhadap Penyerapan Fenol Menggunakan Adsorben C-SinamalKaliks[4]Resorsinarena Hasil Sintesis Limbah Minyak Kayu Manis (Cinnamomum burmannii)," *J. Period. Jur. Kim. UNP*, vol. 11, no. 3, p. 48, 2022, doi: 10.24036/p.v11i3.115255.
- [5] M. Hong *et al.*, *Heavy Metal Adsorption with Zeolites: the Role of Hierarchical Pore Architecture*. Elsevier B.V., 2018. doi: 10.1016/j.ccej.2018.11.087.
- [6] M. Vakili *et al.*, "Regeneration of chitosan-based adsorbents used in heavy metal adsorption: A review," *Sep. Purif. Technol.*, vol. 224, pp. 373–387, 2019, doi: 10.1016/j.seppur.2019.05.040.
- [7] S. S. Fiyadh *et al.*, "Corresponding Author :," *J. Clean. Prod.*, 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.05.154.
- [8] Z. Zheng *et al.*, "Gut Microbiota-Controlled Tryptophan Metabolism Improves D-Gal/LPS-Induced Acute Liver Failure in C57BL/6 Mice," *Engineering*, vol. 14, pp. 134–146, 2022, doi: 10.1016/j.eng.2020.12.013.
- [9] N. K. Weni and B. Oktavia, "Optimization of hexavalent chromium ion adsorption using natural silica modified with DMA ( Dimethylamine ) by batch method Optimization of hexavalent chromium ion adsorption using natural silica modified with DMA ( Dimethylamine ) by batch method," no. Vi, pp. 0–8, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1788/1/012014.
- [10] P. Rahayu, "Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Adsorpsi Ion Logam Nikel ( II ) oleh Kitosan Termodifikasi," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 19, no. 1, pp. 21–26, 2016, [Online]. Available: <https://ejournal.undip.ac.id/index.php/ksa/article/view/18752/13104>
- [11] 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.
- [12] M. Hallajiqomi and H. Eisazadeh, "Journal of Industrial and Engineering Chemistry Adsorption of manganese ion using polyaniline and it ' s nanocomposite : Kinetics and isotherm studies," *J. Ind. Eng.*

- Chem.*, pp. 1–7, 2017, doi: 10.1016/j.jiec.2017.06.045.
- [13] M. Sepehran, B. Nasernejad, and M. Edrissi, "Selective removal of copper(II) and nickel(II) from aqueous solution using the chemically treated chitosan: Factorial design evaluation," *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 39, no. 6, pp. 905–910, 2008, doi: 10.1007/s11663-008-9182-2.
- [14] A. Gupta and C. Balomajumder, "Simultaneous adsorption of Cr(VI) and phenol onto tea waste biomass from binary mixture: Multicomponent adsorption, thermodynamic and kinetic study," *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 3, no. 2, pp. 785–796, 2015, doi: 10.1016/j.jece.2015.03.003.
- [15] J. Kesumaningrum, N. Prasetya, and A. Suseno, "Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Adsorpsi Fenol dengan TiO<sub>2</sub>/Zeolit Artificial Berbahan Dasar Sekam," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 14, no. 1, pp. 26–31, 2011.