

**SINTESIS SILIKA GEL TERMODIFIKASI
3-AMINOPROPILTRIETOKSISILAN (APTES) DARI
BONGGOL JAGUNG UNTUK ADSORPSI LOGAM
Ni(II) DALAM LARUTAN**

Skripsi

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Sarjana Sains**



Nur Hanifah

3325122143

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA**

2017

**SINTESIS SILIKA GEL TERMODIFIKASI
3-AMINOPROPILTRIEKOSISILAN (APTES) DARI
BONGGOL JAGUNG UNTUK ADSORPSI LOGAM
Ni(II) DALAM LARUTAN**

Skripsi

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Sarjana Sains**



Nur Hanifah

3325122143


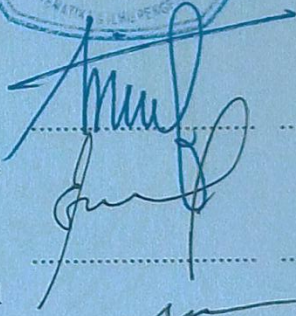
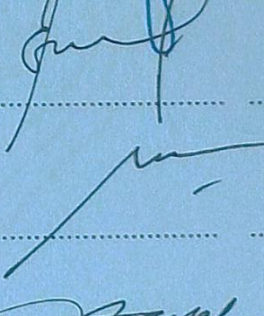
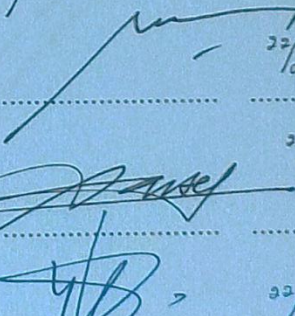
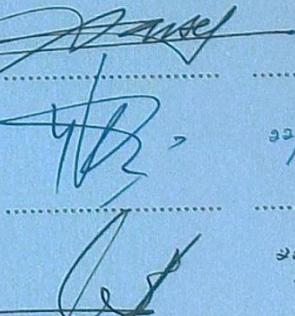
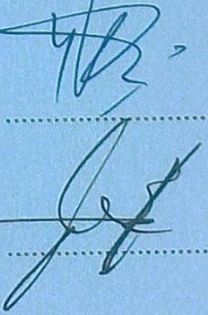
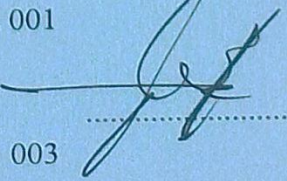
**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA**

2017

HALAMAN PENGESAHAN

Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxysilan dari Bonggol Jagung untuk Adsorpsi Logam Ni(II) dalam Larutan

Nama Mahasiswa : Nur Hanifah
No. Registrasi : 3325122143
Program Studi : Kimia

Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung Jawab Dekan : <u>Prof. Dr Suyono, M.Si</u> NIP.19671218 199303 1 005		28/08 2017
Wakil Penanggung Jawab Wakil Dekan I : <u>Dr. Muktiningsih N., M.Si</u> NIP.19640511 198903 2 001		25/08 2017
Ketua : <u>Prof. Dr. Erdawati, M.Sc</u> NIP.19510912 198103 2 001		21/08 2017
Sekretaris : <u>Drs. Zulhipri, M.Si</u> NIP.19580703 196903 1 001		22/08 2017
Anggota Penguji : <u>Dr. Darsef, M.Si</u> NIP.19650806 199003 1 004		21/08 2017
Pembimbing I : <u>Dr. Yusmaniar, M.Si</u> NIP.19620626 199602 2 001		22/08 2017
Pembimbing II : <u>Arif Rahman, M.Sc</u> NIP.19790216 200501 1 003		
Tanggal Lulus : Senin, 14 Agustus 2017		

LEMBAR PERNYATAAN

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul **“Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxysilan (APTES) dari Bonggol Jagung untuk Adsorpsi Logam Ni(II) dalam Larutan”** yang disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Program Studi Kimia Universitas Negeri Jakarta adalah karya ilmiah saya dengan arahan dari dosen pembimbing.

Sumber informasi yang diperoleh dari penulis lain yang telah dipublikasikan yang disebutkan dalam teks skripsi ini, telah dicantumkan dalam Daftar Pustaka sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah.

Jika dikemudian hari ditemukan sebagian besar skripsi ini bukan hasil karya saya sendiri dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya sanding dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Jakarta, Juli 2017



Nur Hanifah



Lembar Persembahan

Bismillaahirrohmaanirrohiim
Aku persembahkan skripsi ini untuk:

Ibu dan Abi

Terima kasih atas dukungannya yang begitu besar, baik secara moril maupun materil, atas do'a-do'anya yang penuh ketulusan sehingga aku dapat sampai ditahap ini juga atas limpahan cinta dan kasih sayangmu untukku.

Terima kasih atas segala yang telah kau berikan padaku, yang tidak dapat aku sebutkan satu per satu dan aku pun tidak dapat membalas semuanya. Meski segala hal berharga yang aku miliki aku berikan padamu, tetap tidak akan dapat membalas jasmu.

Maafkan aku yang tidak memiliki sesuatu berharga untuk dapat aku berikan kepadamu, hanya sebuah karya sederhana ini ku persembahkan untukmu bu, bi.

Semoga Allah selalu memberikan keberkahan atasmu. Do'akan aku menjadi seseorang yang dapat menghantarkan langkahmu ke surgaNya.

Keluargaku

Terima kasih telah menjadi bahan bakar penggerak hingga semangat ini tetap berkobar, menjadi pengingat akan adanya tugas yang harus diselesaikan, memotivasi dan mendo'akan yang terbaik untuk diri ini.

Semoga Allah mengumpulkan kita sekeluarga kelak di surgaNya

Sahabat sekaligus saudariku

Terima kasih atas segala yang kalian berikan..

Atas semangat dan dukungan yang kalian berikan, atas pengorbanan dan do'a-do'anya, atas kebersamaan dan hangatnya rasa kekeluargaan yang terbentuk.

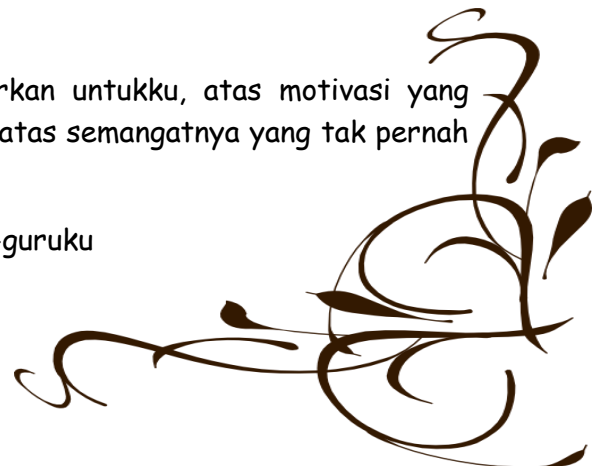
Terima kasih untuk tidak lelah mengingatkan, menjaga hangatnya harapan yang terkadang buram. Terima kasih atas segala pembelajaran yang telah diberikan, pelajaran tentang perjuangan, keadilan, kasabaran, keberanian dan saling memahami. Semoga tali persaudaraan ini tetap terjaga hingga ke JannahNya

Ukhuwah itu amanah, karenanya harus dijaga ☺

Guru-Guruku

Terima kasih atas limpahan ilmu yang senantiasa dialirkan untukku, atas motivasi yang menjadi penyemangat diri, atas do'a-do'a terbaiknya dan atas semangatnya yang tak pernah lelah mengajarkanku.

Semoga ridho Allah selalu membersamai langkahmu, guru-guruku



KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil'alamin. Segala puji bagi Mu, ya Allah atas segala limpahan karunia, inayah, hidayah serta izin-Mu sehingga karya ilmiah ini dapat diselesaikan oleh penulis. Jenis penelitian yang dipilih adalah penelitian Sains dengan judul Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxysilan (APTES) dari Bonggol Jagung untuk Adsorpsi Logam Ni(II) dalam Larutan.

Terselesaikannya karya ilmiah ini tidak terlepas dari do'a, bantuan serta dukungan berbagai pihak. Terima kasih penulis ucapkan kepada ibu Dr. Yusmaniar M.Si dan bapak Arif Rahman, M.Sc selaku dosen pembimbing I dan pembimbing II atas bimbingan serta ilmunya yang sangat berharga serta atas kesabaran dan pengorbanannya menyediakan waktu, pikiran dan tenaga untuk menuntun penulis dalam menyelesaikan karya ilmiah ini. Terima kasih pula kepada Pembimbing Akademik bapak Dr. Afrizal, M.Si yang telah membimbing penulis secara akademik selama kuliah di Program Studi Kimia UNJ. Di samping itu penghargaan penulis disampaikan ke Koordinator Program Studi Kimia yaitu Ibu Dr. Yusmaniar M.Si, dan Dekan FMIPA UNJ bapak Prof. Dr. Suyono, M.Si yang telah membantu selama penyelesaian studi. Tidak lupa terima kasih penulis ucapkan kepada seluruh laboran Kimia FMIPA UNJ atas saran dan bantuannya kepada penulis dalam melaksanakan penelitian.

Ungkapan terima kasih yang sebesar-besarnya disampaikan untuk kedua orang tua penulis yang telah memberikan dukungan begitu besar, baik secara moril maupun materil dan atas do'a-do'anya yang penuh ketulusan sehingga penulis dapat sampai ditahap ini. Terima kasih juga untuk teman-teman angkatan 2012 dukungan dan kebersamaannya. Semoga Allah SWT membalas kebaikan semua pihak yang terlibat dalam penyelesaian karya ilmiah ini. Semoga karya ilmiah ini bermanfaat.

Jakarta, Juli 2017

Nur Hanifah

ABSTRAK

NUR HANIFAH. Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES) dari Bonggol Jagung untuk adsorpsi Logam Ni(II) dalam Larutan.
Dibawah bimbingan YUSMANIAR, ARIF RAHMAN.

Sintesis silika gel dari bonggol jagung menggunakan metode sol gel dan modifikasi dengan gugus 3-aminopropiltriethoxysilan telah berhasil dilakukan. Hasil SEM pada Silika Gel-APTES menunjukkan morfologi materialnya berbentuk butiran dan hasil EDX menunjukkan komposisinya terdiri dari 46,83% Silika, 40,06 % Oksigen dan 13,10% Nitrogen. Berdasarkan hasil karakterisasi SAA, material Silika Gel-APTES memiliki luas permukaan sebesar 310,3329 m²/g, memiliki pori yang beragam (mesopori dan mikro pori) dan hasil analisis menggunakan metode BJH menunjukkan distribusi pori pada Silika Gel-APTES merupakan mesopori dengan ukuran porinya sekitar 10,6 nm. Hasil karakterisasi FTIR silika gel termodifikasi APTES menunjukkan adanya adanya pita serapan khas dari gugus fungsi siloksan (=Si-O-Si=), silanol (=Si-OH) amina (NH₂) dan rantai alifatik (-CH₂). Proses adsorpsi terhadap ion logam Ni(II) menggunakan metode batch. Proses adsorpsi terhadap ion logam Ni(II) menggunakan Silika Gel-APTES berlangsung baik pada pH 6 dan waktu 30 menit. Kapasitas adsorpsi maksimum dari Silika Gel-APTES sebesar 63,29 mg/g. Proses adsorpsi mengikuti model isoterm adsorpsi Langmuir dengan nilai konstanta Langmuirnya sebesar 1,03 L/mg. Hasil menunjukkan Silika Gel-APTES dapat menjadi alternatif adsorben rendah biaya dalam penanganan limbah logam berat.

Kata kunci: adsorpsi, silika gel, APTES, bonggol jagung, logam Nikel, isoterm adsorpsi

ABSTRACT

NUR HANIFAH Synthesis of Silica Gel Modified 3-aminopropylcrystallineoxylicated (APTES) from Corn Cob for Ni(II) adsorption in Solution. Under supervised by YUSMANIAR, ARIF RAHMAN.

The synthesis of silica gel from the corn cob using sol-gel method and modification with the 3-aminopropyltriethoxysilane group has been successfully performed. The SEM results on modified Silica Gel-APTES showed the morphology of the material is granular and the EDX results showed the composition consisted of 46.83% silica, 40.06% oxygen and 13.10% nitrogen. Based of the characterization of SAA, indicates the material of Silica Gel-APTES has a surface area of 310,3329 m²/g, has various pores (mesoporous and microporous) and the result of the analysis using BJH method show the distribution pores of Silica Gel-APTES is mesoporous with a size pore of 10,6 nm. The results of the characterization FTIR showed a typical absorption of the siloxane functional groups (= Si-O-Si =), silanol (= Si-OH) amine (NH₂) and aliphatic chain (-CH₂). The adsorption process on Ni (II) metal ions was carried out in a batch system. The adsorption process on Ni (II) metal ions using Silica Gel-APTES takes place both at pH 6 and 30 minutes. The maximum adsorption capacity of Silica Gel-APTES was 63.29 mg/g. The adsorption process follows Langmuir's adsorption isotherm model with a Langmuir constant value of 1.03 L / mg. The results show the Gel Silica-APTES can be an alternative to low cost adsorbents.

Keywords: adsorption, silica gel, APTES, corn cob, nickel, adsorption isotherm

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Perumusan Masalah.....	3
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II KAJIAN PUSTAKA	5
A. Silika Gel.....	5
B. Bonggol Jagung	6
C. Metode Sol Gel.....	8
D. Silane	9
E. Logam Nikel.....	10
F. Adsorpsi.....	10
G. Isoterm Adsorpsi	12
1. Isoterm Adsorpsi Langmuir	12
2. Isoterm Adsorpsi Freundlich	13
E. Instrumen Karakterisasi.....	13
1. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i> ..	13
2. <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	14
3. <i>Surface Area Analyzer (SAA)</i>	16
4. <i>Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)</i>	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	19
A. Tempat dan Waktu Penelitian	19
B. Metode Penelitian.....	19
1. Alat dan Bahan	19
2. Prosedur Penelitian.....	20

C. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
A. Sintesis Silika Gel dari Bonggol Jagung (SG)	25
1. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan SEM-EDX	28
2. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan SAA	29
3. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan FTIR	31
B. Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES)	32
1. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan SEM-EDX.....	33
2. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan SAA	34
3. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan FTIR.....	36
C. Uji Adsorpsi Terhadap Logam Ni(II).....	38
1. Penentuan pH Optimum	38
2. Penentuan Waktu Kontak Optimum.....	40
D. Penentuan Isoterm Adsorpsi.....	41
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	46
A. Kesimpulan.....	46
B. Saran.....	46
DAFTAR PUSTAKA.....	47
LAMPIRAN.....	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1 Komposisi unsur dalam bonggol jagung	8
Tabel 2 Komposisi unsur menggunakan EDX dari silika gel hasil sintesis	29
Tabel 3 Hasil karakterisasi silika gel menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i>	29
Tabel 4 Komposisi unsur menggunakan EDX dari silika gel hasil modifikasi.....	34
Tabel 5 Hasil karakterisasi silika gel termodifikasi APTES dengan SAA	34
Tabel 6 Parameter isoterm adsorpsi terhadap logam Ni(II).....	45

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1 Struktur Silika Gel.....	5
Gambar 2 Bonggol Jagung	7
Gambar 3 Struktur Kimia Senyawa APTES	9
Gambar 4 Tipe Vibrasi	14
Gambar 5 Spektrum FTIR dari silika <i>Kiesel Gel 60G</i> (Merck®)	15
Gambar 6 Klasifikasi <i>physisorption</i> isotherm	17
Gambar 7 Skema alat AAS (<i>Atomic Absorption Spectrophotometer</i>)	18
Gambar 8 Desain Penelitian	23
Gambar 9 Abu bonggol jagung	26
Gambar 10 Hasil sintesis silika gel	27
Gambar 11 Foto SEM silika gel hasil sintesis dari bonggol jagung.....	28
Gambar 12 Pola isotherm adsorpsi-desorpsi N ₂ terhadap silika gel hasil sintesis.....	30
Gambar 13 Kurva distribusi pori dengan metode BJH dari silika gel hasil sintesis.....	30
Gambar 14 Spektrum FTIR silika gel hasil sintesis	31
Gambar 15 Mekanisme pembentukan silika gel termodifikasi APTES	32
Gambar 16 Foto SEM silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan	33
Gambar 17 Kurva isotherm adsorpsi-desorpsi N ₂ pada silika gel hasil modifikasi.....	35
Gambar 18 . Kurva distribusi pori dengan metode BJH dari silika gel hasil sintesis.....	35
Gambar 19 . Spektrum FTIR silika gel hasil modifikasi	36
Gambar 20 . Perbandingan Spektrum FTIR Silika Gel sebelum dan setelah modifikasi.	37
Gambar 21 Grafik jumlah logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben terhadap variasi pH larutan logam	39
Gambar 22 Grafik jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben terhadap variasi pH larutan logam	40
Gambar 23 Kurva isotherm adsorpsi Freundlich Silika Gel.....	41
Gambar 24 Kurva isotherm adsorpsi Langmuir Silika Gel	43
Gambar 25 Kurva isotherm adsorpsi Freundlich Silika Gel-APTES	44
Gambar 26 Kurva isotherm adsorpsi langmuir Silika Gel-APTES	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Bagan Alir	51
Lampiran 2 Hasil Karakterisasi SEM-EDX Silika Gel Hasil Sintesis	55
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi SEM-EDX Silika Gel Hasil Modifikasi.....	56
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi FTIR.....	57
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi SAA Silika Gel Hasil Sintesis.....	58
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi SAA Silika Gel Hasil Modifikasi	59
Lampiran 7 Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG dengan Variasi pH	60
Lampiran 8 Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG dengan Variasi Waktu Kontak.....	61
Lampiran 9 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi SG.....	62
Lampiran 10 Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG-APTES dengan Variasi pH	64
Lampiran 11 Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG-APTES dengan Variasi Waktu Kontak	65
Lampiran 12 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi SG-APTES	66

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Air adalah kebutuhan dasar bagi kehidupan setiap makhluk di bumi. Setiap makhluk hidup di bumi tidak dapat terlepas dari kebutuhan akan air, mulai dari tumbuhan, hewan dan terlebih bagi manusia. Berdasarkan peraturan menteri negara lingkungan hidup nomor 01 tahun 2010 tentang tata laksana pengendalian pencemaran air menyatakan bahwa, air merupakan salah satu sumber daya penting bagi kehidupan dan perikehidupan makhluk hidup, sehingga harus dijaga kualitasnya. Akan tetapi, kini persediaan air yang memenuhi syarat menjadi persoalan utama yang perlu mendapatkan perhatian serius. Kini, kualitas dan kuantitas air sudah berkurang.

Berdasarkan data dari *World Water Development Report* (2014), setiap hari diseluruh belahan dunia terdapat sekitar 2 juta ton limbah domestik dan 70% limbah industri dibuang ke perairan tanpa melalui proses pengolahan terlebih dahulu sehingga mencemari persediaan air bersih. Sementara itu, di Indonesia pada tahun 2014 ada sekitar 80% atau mayoritas mutu air sungai di 33 provinsi di Indonesia dalam status tercemar berat, berdasarkan laporan Direktorat Jenderal Pengendalian Pencemaran dan Kerusakan Lingkungan Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (KLHK). Hasil penelitian dan pemantauan kementerian lingkungan hidup terhadap 71 sungai sejak tahun 2007 hingga 2014 menyatakan status kualitas air sungai semakin menurun, sekitar 80-86% sungai di Indonesia tercemar sedang hingga berat (Badan Pusat Statistik). Salah satu penyebab dari kerusakan dan pencemaran air sungai adalah kegiatan industri.

Industri merupakan salah satu faktor pendukung dalam mewujudkan pertumbuhan ekonomi namun, meningkatnya sektor industri mengakibatkan meningkatnya pencemaran yang ditimbulkan dari limbah hasil industri. Salah satu pencemar berbahaya dalam air adalah logam berat. Industri menjadi salah satu kontributor dari berbagai jenis pencemaran logam berat pada air.

Logam berat merupakan kelompok unsur logam yang memiliki densitas atom lebih besar dari 6 g/cm^3 (O'Connell *et al.*, 2008). Istilah logam berat dibidang lingkungan, dikenal sebagai unsur logam yang berkaitan dengan polutan dan beracun diantaranya Ni, Pb, Cu, Zn, Co, Cr, Cd, dan Hg. Logam nikel merupakan salah satu jenis logam berat yang berbahaya bagi tubuh. Industri elektroplating, pembuatan katalis dan baterai adalah beberapa contoh industri yang menghasilkan limbah berupa nikel (Coman *et al.*, 2013). Tingginya kadar nikel perlu diminimalisir, karena dapat mencemari lingkungan dan mengakibatkan masalah bagi kesehatan makhluk hidup.

Sebagai upaya untuk mengurangi cemaran logam berat dalam lingkungan perairan, telah dilakukan beberapa metode seperti pengendapan, filtrasi membran serta pertukaran ion. Metode-metode tersebut memiliki beberapa kelemahan, yaitu beberapa di antaranya membutuhkan biaya yang relatif mahal, dihasilkan residu dari proses pengendapan yang bersifat toksik dan butuh pengolahan lebih lanjut, serta tidak dapat diaplikasikan dalam skala kecil. Oleh karena itu, dibutuhkan metode lain untuk menyerap logam berat yang lebih efektif, mudah dan ekonomis.

Adsorpsi merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengatasi pencemaran logam berat dalam lingkungan perairan. Metode ini efektif untuk menghilangkan atau mengurangi kandungan logam berat dalam perairan dan dapat diaplikasikan secara luas untuk berbagai jenis logam berat. Kesesuaian antara adsorbat dengan adsorben yang digunakan sangat mempengaruhi proses adsorpsi. Selektifitas dari adsorben akan mempengaruhi kemampuan adsorpsinya.

Silika gel merupakan salah satu material yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben. Hal ini karena materialnya mudah disintesis serta memiliki kestabilan termal dan mekanik yang tinggi (Sulastri dan Kristyaningrum, 2010). Pemanfaatan limbah pertanian untuk menyintesis silika gel dapat menjadi solusi permasalahan pencemaran dan pengolahan limbah hasil pertanian. Limbah pertanian seperti bonggol jagung dapat digunakan sebagai bahan baku untuk menyintesis silika gel.

Pada penelitian sebelumnya oleh Okoronkwo *et al.* (2013), silika gel telah berhasil disintesis dari bonggol jagung menggunakan metode sol gel dan didapat persentase kandungan silika (SiO_2) sebesar 52,32 %. Penelitian lain mengenai

sintesis silika gel dari abu bonggol jagung juga telah dilakukan Chanadee *et al.* (2016) dan berhasil mendapatkan persentase kandungan silika (SiO_2) sebesar 90,6 %.

Inovasi teknologi dalam modifikasi silika gel dengan gugus organik dapat meningkatkan efektifitasnya dalam mengadsorpsi logam berat. Dumrul *et al.*, (2011) melakukan modifikasi silika gel dengan gugus aldehyd untuk mengadsorpsi logam Cu(II) dan Ni(II) dari larutan. Modifikasi silika gel untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya juga telah dilakukan oleh Tzetkova and Nickolov (2012) dengan menambahkan gugus 2-aminothiazole untuk mengadsorpsi logam Cu(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Pb(II) dan Hg(II).

Quang *et al.* (2012) telah melakukan modifikasi silika gel menggunakan gugus 3-aminopropiltrimetoksisilan (APTMS) dan gugus N-[3-trimetoksisil)propil]-etilendiamin (MSDA) untuk mengadsorpsi logam Cu dalam larutan. Pada penelitian tersebut dilakukan penentuan pengaruh pH terhadap proses adsorpsi. Namun pada penelitian tersebut tidak dilakukan sintesis silika gel dan tidak dipelajari mengenai pengaruh waktu kontak terhadap proses adsorpsi serta isoterm adsorpsinya.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis silika gel dari bonggol jagung dan memodifikasinya dengan gugus organik 3-aminopropiltrioksisilan untuk mengadsorpsi ion logam Ni(II) dalam larutan. Selanjutnya dilakukan studi perbandingan antara adsorpsi ion logam pada silika gel dan silika gel hasil modifikasi dengan melakukan optimasi terhadap pH larutan dan waktu kontak, serta penentuan kapasitas dan isoterm adsorpsinya.

B. Perumusan Masalah

1. Apakah silika gel hasil sintesis dari bonggol jagung dapat dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltrioksisilan (APTES) dan dapat digunakan sebagai adsorben logam berat?
2. Apakah pH dan waktu kontak dapat mempengaruhi jumlah ion logam yang teradsorpsi oleh Silika Gel (SG) hasil sintesis dari bonggol jagung dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltrioksisilan (APTES)?

3. Berapakah kapasitas adsorpsi Silika Gel (SG) hasil sintesis dari bonggol jagung dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES) terhadap logam Ni(II)?
4. Bagaimanakah model isoterm adsorpsi Silika Gel (SG) hasil sintesis dari bonggol jagung dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES) terhadap logam Ni(II)?

C. Tujuan Penelitian

1. Menyintesis silika gel dari bonggol jagung dengan metode sol gel dan mengkarakterisasinya
2. Memodifikasi silika gel dengan gugus 3-aminopropiltriethoxysilan dan mengkarakterisasinya
3. Menentukan kondisi optimum dengan melakukan variasi pH dan waktu kontak pada proses adsorpsi ion logam Ni(II) terhadap Silika Gel (SG) dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES)
4. Melakukan studi isoterm adsorpsi ion logam pada adsorben Silika Gel (SG) dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES)

D. Manfaat Penelitian

Dapat memberikan pengetahuan di bidang kimia lingkungan mengenai pemanfaatan limbah pertanian, yaitu bonggol jagung untuk menyintesis silika gel yang dapat digunakan sebagai adsorben logam berat. Serta dapat memberikan pengetahuan mengenai hal-hal yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi.

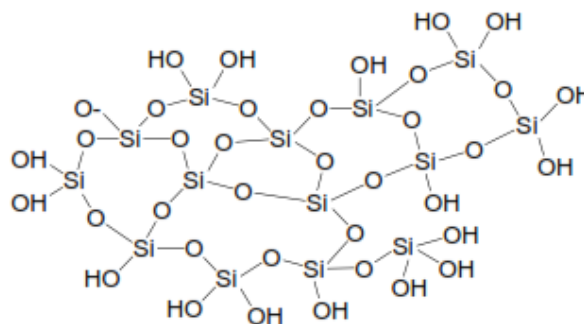
BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Silika Gel

Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral. Keberadaannya di alam dapat ditemukan dalam beberapa bahan seperti pasir, kuarsa, gelas dan sebagainya. Sebagai senyawa yang terdapat di alam silika berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintesis adalah amorf (Sulastris dan Kristianingrum, 2010)

Silika Gel merupakan silika amorf yang terdiri dari globula-globula SiO_4 yang tersusun secara tetrahedral. Secara umum, rumus kimia dari silika gel adalah $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation Si^{4+} yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} . Namun, susunan SiO_4 dari silika gel tidak beraturan (Oscik, 1982).



Gambar 1. Struktur Silika Gel (Oscik, 1982)

Silika gel merupakan padatan yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben. Hal ini dikarenakan mudahnya produksi dan juga memiliki beberapa kelebihan yang lain, yaitu: hidrofilik, sangat inert memiliki kestabilan termal dan mekanik yang tinggi serta sifatnya yang relatif tidak mengembang dalam pelarut organik (Sulastris dan Kristianingrum, 2010). Sifat adsorptif dari silika gel ini juga disebabkan karena bahan ini memiliki situs aktif pada permukaannya. Silika gel memiliki dua jenis gugus pada permukaannya, yaitu gugus silanol ($\equiv\text{SiOH}$) dan gugus siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$). Adanya gugus silanol ($-\text{OH}$) memberikan peluang secara luas untuk

memodifikasi gugus tersebut menjadi gugus lain yang lebih aktif (Camel, 2003) sedangkan gugus siloksan sendiri memiliki reaktivitas yang tinggi yang mengakibatkannya mudah mengadakan *chemisorption* dengan senyawa lain seperti metanol, amoniak maupun dengan air (Morrow dan Gay, 2000).

Untuk memperbaiki sifat dan menambah manfaatnya, silika gel dapat dimodifikasi. Proses modifikasi yang dilakukan pada silika gel bertujuan untuk mengubah karakteristik permukaan silika gel. Modifikasi juga dapat mempengaruhi proses adsorpsi secara signifikan. Menurut Jal, dkk (2004) dapat dilakukan berbagai teknik untuk memodifikasi gugus fungsi pada permukaan silika gel, yaitu: impregnasi, immobilisasi dengan reagen silan dan metode sol-gel.

B. Bonggol Jagung

Jagung (*Zea mays L.*) merupakan salah satu tanaman pangan dunia terpenting selain padi dan gandum. Sebagai sumber karbohidrat utama di daerah Amerika Tengah dan Selatan, jagung juga menjadi alternatif sumber pangan di Amerika. Di Indonesia, penduduk di beberapa daerah seperti di Madura dan Nusa Tenggara juga menggunakan jagung sebagai makanan pokok. Jagung merupakan tanaman yang sangat bermanfaat. Selain sebagai sumber karbohidrat, jagung juga dimanfaatkan minyaknya (dari bulir), digunakan sebagai pakan ternak, bahan baku industri serta bahan kerajinan. Jagung juga menjadi komoditi ekspor utama ke Jepang dan beberapa negara lainnya (*ITPC OSAKA*, 2013).

Jagung merupakan salah satu produk agroindustri yang berkembang cukup besar di Indonesia. Banyaknya manfaat yang dapat dihasilkan dari tanaman ini mendorong produksinya terus meningkat. Namun, meningkatnya produksi jagung ini tidak diimbangi dengan pengolahan sisa produksi dari jagung, yaitu bonggol jagung yang semakin bertambah seiring dengan peningkatan produksinya. Sebagian kecil masyarakat memanfaatkannya sebagai campuran untuk pakan ternak, membuat kerajinan dan sebagian besar dari bonggol jagung ini dimusnahkan dengan cara dibakar, yang sebenarnya menimbulkan masalah baru yaitu polusi udara yang disebabkan dari asap yang dihasilkan dari pembakarannya.



Gambar 2. Bonggol Jagung (Chanadee *et al.*, 2016)

Salah satu upaya untuk mengurangi masalah tersebut adalah dengan mengolah bonggol jagung menjadi material yang bermanfaat. Bonggol jagung mengandung unsur-unsur penting yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben. Sudah banyak penelitian yang mengkaji hal ini, diantaranya Arunkumar, C *et al* (2014) menggunakan bonggol jagung sebagai biosorben untuk mengadsorpsi Ni(II) dalam larutan dan Opeolu *et al* (2009) membuat adsorben dari bonggol jagung untuk mengadsorpsi logam Pb(II) dari larutan dan dari limbah. Dalam literatur (Chanadee *et al.*, 2016), diketahui bahwa bonggol jagung mengandung selulosa dan lignin yang didalamnya terkandung unsur-unsur penting seperti silikon (Si) 0,133%, kalsium (Ca) 0,022% dan Aluminium (Al) 0,052%. Karena silikon yang terkandung di dalamnya, bonggol jagung dapat dijadikan sebagai bahan baku untuk memproduksi silika.

Tabel 1. Komposisi unsur dalam bonggol jagung (Owoeye *et al.*, 2015)

Unsur	Komposisi (wt%)
C	45,75
O	45,89
H	6,36
K	0,46
Ca	0,022
Si	0,133
Al	0,052
Mn	0,031
Fe	0,025
N	1,38
P	0,064
Mg	0,11

Sintesis silika gel dari abu bonggol jagung telah berhasil dilakukan oleh Okoronkwo *et al.* (2013) dengan jumlah kandungan SiO₂ sebesar 52,32%. Penelitian mengenai sintesis silika gel dari abu bonggol jagung juga dilakukan oleh Chanadee *et al* (2016) yang telah berhasil mendapatkan 90% kandungan SiO₂.

C. Metode Sol Gel

Metode sol gel merupakan metode yang sering digunakan untuk mensintesis material berlapis dan berpori. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Gel merupakan jaringan material padat yang mengandung komponen cair, dimana keduanya berada dalam fasa terdispersi. Secara umum, teknik sol gel digambarkan sebagai metode dimana padatan dibentuk melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dari molekul dalam fasa cair.

Di dalam teknik pemrosesan sol-gel, senyawa awal (prekursor) yang dipakai biasanya garam-garam organik atau senyawa metal organik. Hal ini dikarenakan kemudahannya untuk mengalami reaksi hidrolisis. Hasilnya adalah sebuah sistem yang terdiri dari partikel padat (1 nm-1 µm) yang tersebar dalam pelarut. Umumnya

proses sol-gel meliputi transisi sistem dari fasa larutan ‘sol’ menjadi fasa padat ‘gel’. Terdapat beberapa tahap dalam pembuatan sol-gel yakni pembentukan larutan, pembentukan gel, *aging*, pengeringan dan pepadatan (*densification*) (Brinker and Scherer, 1990).

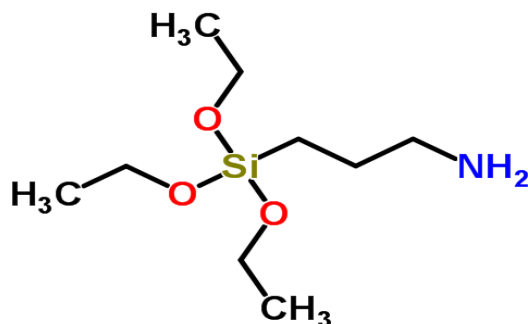
Proses sol-gel ini memberikan beberapa keuntungan, diantaranya produk yang didapatkan memiliki homogenitas yang tinggi dan dapat dilakukan pada temperatur rendah. Produksi silika gel dari abu bonggol jagung menggunakan metode sol-gel dapat mengurangi kontaminan, sehingga kemurnian silika yang didapat tinggi.

D. Silane

Silane merupakan agen kopling yang memiliki 2 gugus reaktif, yaitu gugus anorganik dan gugus organik. Pada penelitian ini digunakan senyawa 3-aminopropiltriethoxysilan sebagai gugus silan untuk memodifikasi silika gel. Struktur umum dari silan, yaitu:



Dalam hal ini, RO merupakan gugus fungsi yang bereaksi dengan material organik sedangkan gugus X merupakan gugus fungsi yang dapat bereaksi dengan material anorganik. Struktur Kimia dari senyawa 3-aminopropiltriethoxysilan, sebagai berikut:



Gambar 3. Struktur Kimia Senyawa APTES (<http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.12933.html>)

E. Logam Nikel

Nikel (Ni) merupakan salah satu jenis logam yang mengkilat, tidak berbau dan tidak berasa. Nikel bersifat liat sehingga dapat ditempa dan bersifat ferromagnetik. Penggunaan utama nikel adalah sebagai bahan pembuat paduan logam (*alloy*). Paduan logam nikel memiliki karakteristik kuat, tahan panas, serta tahan karat. Nikel juga digunakan untuk membuat *stainless steel*, yang umumnya terdiri dari sebagian besar besi, 38% kromium dan 8% nikel. Logam nikel memiliki sifat tahan terhadap korosi, bahkan pada suhu tinggi sehingga banyak digunakan pada turbin gas dan mesin roket.

Logam nikel adalah salah satu jenis logam berat yang berbahaya bagi tubuh. Industri elektroplating, pembuatan katalis dan baterai adalah beberapa contoh industri yang menghasilkan limbah berupa nikel. Tingginya kadar nikel dalam jaringan tubuh dapat mengakibatkan munculnya berbagai efek samping yaitu sesak nafas, muntah, sakit kepala, asma, bronkitis kronis, kejang, bahkan kematian (Sudarmaji, 2006). Terakumulasinya logam nikel pada kelenjar pituitari dapat mengakibatkan depresi sehingga menyebabkan pengurangan sekresi hormon prolaktin di bawah normal. Akumulasi logam nikel pada pankreas dapat menyebabkan terhambatnya sekresi hormon insulin.

F. Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses akumulasi molekul-molekul suatu zat (*cair/gas*) pada permukaan zat lain yang disebabkan gaya tarik menarik antar molekul atau interaksi kimia atau akibat dari medan gaya pada permukaan yang menarik molekul-molekul fluida tersebut. Gaya-gaya intermolekul yang mempengaruhi jenis adsorpsi, diantaranya gaya Van der Waals, ikatan hidrogen, gaya elektrostatis dan ikatan kovalen (Oscik, 1982). Zat yang teradsorpsi merupakan adsorbat sedangkan zat yang mengadsorpsi disebut adsorben. Molekul atau atom dapat menempel pada permukaan dengan 2 cara, yaitu secara kimia (*chemisorption*) dan secara fisika (*physisorption*).

Adsorpsi fisika didasarkan pada gaya van der Waals, dan dapat terjadi pada permukaan polar dan nonpolar. Adsorpsi ini terjadi tanpa adanya reaksi antara

molekul-molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Molekul-molekul yang diadsorpsi secara fisika tidak terikat kuat pada permukaan, dan biasanya terjadi proses balik (desorpsi) dengan mudah (Barrow, 1979).

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya gaya-gaya kimia dan diikuti dengan terjadinya reaksi kimia. Molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan atau pembentukan ikatan baru. Adsorpsi memerlukan energi aktivasi dan nilai kalor adsorpsi sekitar 100 KJ/mol, ini dibutuhkan untuk membuat terjadinya interaksi ikatan-ikatan kimia (Adamson, 1990). Ikatan kimia yang terjadi pada adsorpsi kimia sangat kuat mengikat molekul gas atau cairan dengan permukaan padatan sehingga sangat sulit untuk dilepaskan kembali. Hal ini berarti pelepasan kembali molekul yang terikat di adsorben secara kimia sangatlah kecil (Barrow, 1979).

Daya adsorpsi merupakan ukuran kemampuan suatu adsorben dalam menarik/menyerap sejumlah adsorbat (Laksono, 2002). Proses penyerapan adsorbat pada permukaan adsorben dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya:

- Konsentrasi adsorbat, dimana semakin tinggi konsentrasi adsorbat maka proses adsorpsi semakin cepat karena frekuensi tumbukan antarmolekul adsorbat.
- Luas permukaan adsorben, dimana semakin luas permukaan adsorben maka daya adsorpsi semakin kuat karena tumbukan efektif antara partikel adsorbat dengan adsorben meningkat seiring dengan meningkatnya luas permukaan.
- pH, dimana nilai pH mempengaruhi distribusi muatan pada permukaan adsorben akibat reaksi protonasi maupun deprotonasi situs aktif adsorben, pH juga dapat mempengaruhi spesi adsorbat dalam larutan.
- Waktu kontak, dimana semakin lama waktu kontak maka proses difusi dan penyerapan molekul adsorbat akan berlangsung lebih baik hingga mencapai kondisi stabil atau konstan ketika telah terjadi kesetimbangan.
- Temperatur, dimana Kecepatan adsorpsi meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur, dan menurun dengan menurunnya temperatur. Namun demikian, ketika adsorpsi merupakan proses eksoterm, derajat

adsorpsi meningkat pada suhu rendah dan akan menurun pada suhu yang lebih tinggi

G. Isoterm Adsorpsi

Hubungan antara banyaknya zat yang teradsorpsi per satuan berat adsorben dengan konsentrasi zat terlarut pada temperatur tertentu disebut isoterm adsorpsi. Isoterm adsorpsi dapat digunakan untuk mendeskripsikan interaksi antara adsorbat dengan adsorben dan dapat menentukan kapasitas adsorpsi (Gimbert *et al.*, 2008). Secara umum terdapat tiga jenis hubungan matematik yang dapat digunakan untuk menjelaskan isoterm adsorpsi, diantaranya isoterm Freundlich, isoterm Langmuir dan isoterm Brenauer-Emmet-Teller (BET)

1. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm ini didasarkan pada asumsi bahwa setiap permukaan bersifat homogen dimana afinitas setiap kedudukan ikatan adalah sama. Masing-masing situs aktif hanya dapat mengadsorpsi satu molekul saja dan tidak ada interaksi antar adsorbat, sehingga terbentuk lapisan adsorpsi monolayer. Persamaan isoterm Langmuir dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$q = \frac{q_{maks} K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad (1.1)$$

Dimana:

q : Jumlah Adsorbat yang terserap pada saat kesetimbangan (mg/g)

q_{maks} : Kapasitas adsorpsi maksimum adsorben (mg/g)

C_e : konsentrasi akhir adsorbat pada saat kesetimbangan

K_L : konstanta langmuir

Hubungan Linear dari persamaan tersebut dapat dirumuskan :

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{K_L q_{maks}} + \frac{1}{q_{maks}} C_e \quad (1.2)$$

Ketika suatu proses adsorpsi mengikuti model isoterm adsorpsi Langmuir, maka plot antara C_e/q terhadap C_e akan membentuk garis lurus.

Nilai kapasitas adsorpsinya (q_{maks}) dapat diketahui dari slope garis yang dihasilkan, sementara nilai konstanta Langmuir (K_L) dapat diketahui dari intersep garis yang dihasilkan

2. Isoterm Adsorpsi Freundlich

Isoterm Freundlich menjelaskan bahwa proses adsorpsi pada bagian permukaan adalah heterogen dimana tidak semua permukaan adsorben mempunyai daya adsorpsi. Model isoterm Freundlich menunjukkan lapisan adsorbat yang terbentuk pada permukaan adsorben adalah multilayer. Bentuk persamaan Freundlich adalah sebagai berikut:

$$q = K_f C_e^{1/n} \quad (1.3)$$

$$\log q = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (1.4)$$

Dimana:

q : Jumlah Adsorbat yang terserap (mg/g)

C_e : konsentrasi akhir adsorbat pada saat kesetimbangan

K_f dan n : konstanta

E. Instrumen Karakterisasi

1. *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan instrumentasi yang digunakan untuk mengamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan sampel, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat dianalisis dengan menggunakan *Energy Dispersive X-Ray* (EDX). Karakterisasi SEM-EDX dilakukan melalui adsorpsi isotermis gas oleh padatan sampel.

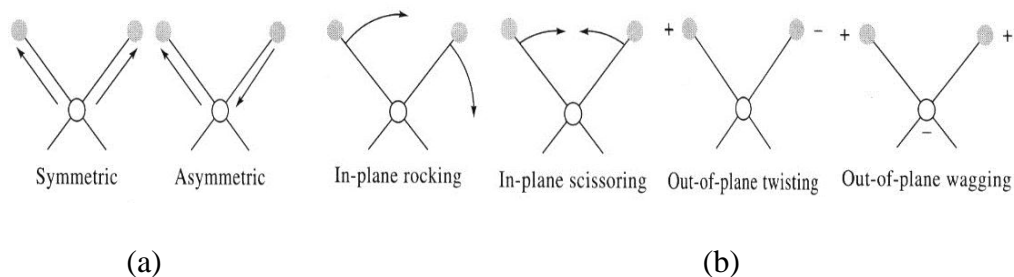
Prinsip kerja SEM, yaitu dengan cara mengalirkan arus pada kawat filamen dan perlakuan pemanasan, sehingga dihasilkan elektron. Elektron tersebut dikumpulkan dengan tegangan tinggi dan berkas elektron difokuskan dengan sederetan lensa elektromagnetik. Ketika berkas elektron mengenai target, informasi dikumpulkan melalui tabung sinar katoda yang mengatur

intensitasnya. Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari tabung sinar katoda dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, elektron kehilangan energi, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo dan Handayani, 1997).

Pada EDX analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energy emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Analisa kuantitatif tidak hanya menjawab unsur apa yang ada dalam sampel tetapi juga konsentrasi unsur tersebut. Untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses antara lain meniadakan background, dekonvolusi peak yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur (Larry, 2001).

2. *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra-Red (FTIR) merupakan instrumen yang digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi dari suatu senyawa. Pada FTIR, terjadi interaksi antara molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada bilangan gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Prinsip kerja alat ini didasarkan pada vibrasi atom-atom dalam molekul.

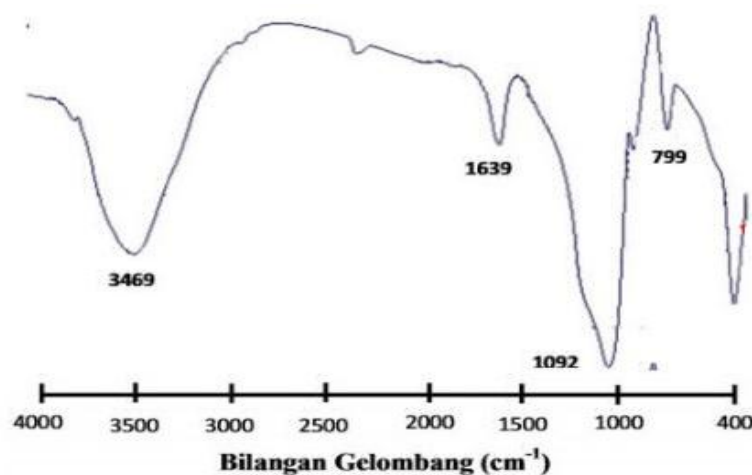


Gambar 4. Tipe Vibrasi (a) *Stretching* (Ulur) dan (b) *Bending* (Tekuk)

(Skoog *et al.*, 2007)

Atom-atom di dalam suatu molekul tidak dapat diam melainkan bervibrasi (bergerak). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat dimisalkan sebagai dua bola yang dihubungkan oleh pegas. Bila radiasi infra merah dilewatkan pada suatu sample, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*).

Pada IR, terdapat istilah bilangan gelombang yang menyatakan banyaknya gelombang dalam satuan panjang tertentu (cm^{-1}). Puncak yang muncul pada IR tidak berhubungan dengan konsentrasi, tetapi berhubungan dengan karakteristik dari gugus fungsi yang dianalisis. Pada IR, pengamatan tidak dilakukan pada setiap puncak, tetapi diamati suatu daerah yang spesifik. Contohnya pada pengamatan gugus fungsi OH. Pada ikatan OH terdapat puncak spesifik, yaitu regangan yang muncul antara bilangan gelombang 3200-3400 cm^{-1} dengan bentuk yang lebar. Puncak pada gugus OH berbeda dengan gugus yang lainnya. Setiap gugus yang muncul memiliki spesifikasi berbeda yang menunjukkan identitas dari gugus fungsinya.



Gambar 5. Spektrum FTIR dari silika *Kiesel Gel 60G* (Merck®)

Gambar 5 diatas, merupakan spektrum FTIR silika gel murni produksi Merck®. Dari gambar diatas terlihat puncak-puncak spesifik dari gugus-gugus penyusun pada silika gel. Pita $\sim 3469 \text{ cm}^{-1}$ menandakan jenis vibrasi ulur dari

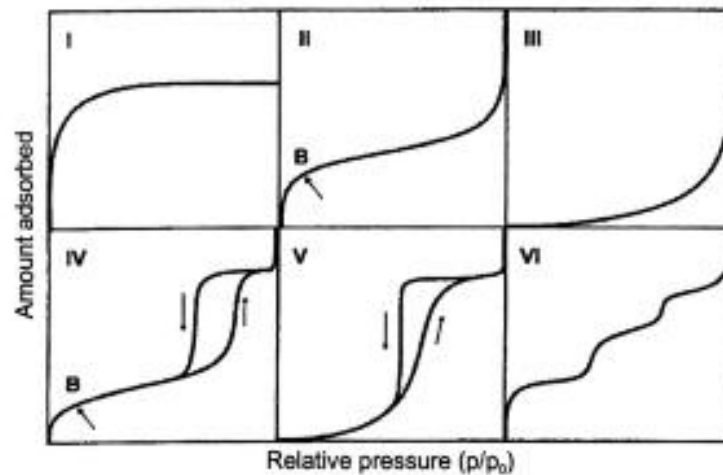
gugus O-H. Pita $\sim 799\text{ cm}^{-1}$ dan pita $\sim 1092\text{ cm}^{-1}$ menandakan jenis vibrasi ulur dari gugus Si-O (Sulastri dan Kristianingrum, 2010).

3. *Surface Area Analyzer (SAA)*

SAA (*Surface Area Analyzer*) merupakan salah satu instrumen dalam karakterisasi material. Alat ini berfungsi menentukan luas permukaan material, distribusi ukuran pori dari material. Dengan analisis SAA, dapat diketahui apakah suatu bahan tersebut bersifat *micropores*, *mesopores* atau *macropores*.

SAA (*Surface Area Analyzer*) berkerja berdasarkan metode BET. Metode BET merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan padatan yang dikembangkan oleh Brunauer-Emmett-Teller (metode BET). Prinsip pengukuran dengan metode BET adalah dengan cara adsorpsi fisis gas, yaitu menentukan jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan padatan dengan monolayer zat yang diserap (adsorbat), dengan mengetahui luas yang ditempati oleh suatu molekul adsorbat, maka luas permukaan katalis dapat diketahui (Gregg *et al.*, 1982).

Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas N_2 pada permukaan padatan berpori. Sampel yang akan dianalisis diletakkan dalam tabung yang sudah diketahui volumenya dan di panaskan dibawah vakum untuk menghilangkan gas-gas didalam sampel. Tabung tersebut kemudian didinginkan dalam nitrogen cair, dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan kedalam sebuah tabung. Setelah mencapai kesetimbangan, tekanan dalam tabung diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan sejumlah tertentu gas nitrogen (N_2). Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N_2 yang teradsorpsi. Bertambahnya secara bertahap volume nitrogen yang diadsorpsi pada keadaan awal menunjukkan adsorpsi monolayer, dan dilanjutkan dengan adsorpsi multilayer. Volume dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan cara ekstrapolasi ke tekanan nol. Berikut adalah tipe-tipe adsorpsi-desorpsi dari metode BET:



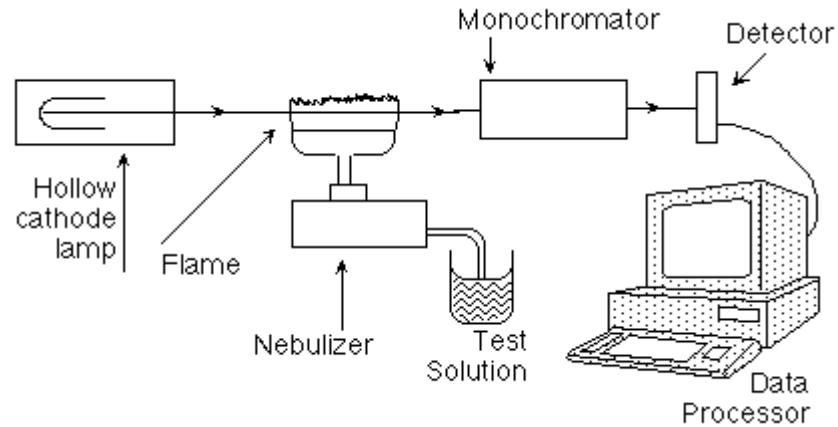
Gambar 6. Klasifikasi *physisorption* isoterm (Thommes *et al.*, 2015)

Dari gambar 5 diatas, tipe isoterm I menggambarkan sebagian besar padatan berukuran mikroporus, dan memiliki relatif kecil permukaan eksternal. Isoterm tipe II merupakan gambaran adsorpsi yang terjadi pada non-porus dengan diameter mikro. Titik belok (*rounded knee*) pada grafik terjadi karena adsorpsi yang diakibatkan dari monolayernya. Isoterm tipe III menggambarkan rendahnya interaksi antara adsorben dan adsorbat. Isoterm tipe IV menandakan terjadi adsorpsi pada adsorben dengan pori-pori dalam kisaran 1,5-100 nm. Isoterm tipe V merupakan tipe yang memiliki adsorbat kecil dengan interaksi adsorben dan besar pori 1,5-100 nm. Isoterm tipe VI merupakan adsorpsi dari multilayer material non-porus yang memiliki pori yang tidak seragam (Thommes *et al.*, 2015)

4. *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh energi yang lebih banyak, suatu atom dinaikkan tingkat energinya dari keadaan dasar ke tingkat eksitasi. Kita dapat memilih di antara panjang gelombang ini yang menghasilkan garis spektrum yang tajam dan dengan intensitas maksimum. Pengukuran absorbansi sampel

dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang sesuai dengan sampel yang digunakan. Skema alat AAS digambarkan pada gambar 7 berikut:



Gambar 7. Skema alat AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) (<https://nmsu.edu/~kburke/instrumentation/AAS1.html>)

Prinsip dasar AAS adalah sebagai berikut:

- Pada AAS terjadi penyerapan sumber radiasi (sinar tampak atau ultraviolet) oleh atom-atom netral dalam keadaan gas yang berada dalam nyala.
- Untuk jadi atom netral dalam keadaan gas butuh perlakuan khusus dipanaskan pada suhu tinggi.
- Nyala digunakan untuk membuat atom netral dalam keadaan gas.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2017 – Juli 2017 di Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta.

B. Metode Penelitian

1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, alat kaca (desikator, pipet tetes, batang pengaduk, gelas kimia, labu ukur, gelas ukur, kaca arloji, corong, erlenmeyer), spatula, *magnetic bar*, botol semprot, termometer, alat refluks, lumpang dan alu, cawan pengabuan, cawan penguap, Kertas Whatman No.41, pompa vakum, *hotplate stirer*, ring statif dan klem, oven dan *furnace*. Sedangkan instrumen karakterisasi yang digunakan adalah *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (JEOL JSM-6510), *Fourier Transform Infra Red* (Shimadzu Prestige 21), *Surface Area Analyzer* dan *Atomic Adsorption Spectrometry* (Shimadzu AA-7000).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bonggol jagung, aqua *Demineralisasi* (PT. Brataco), indikator pH (E.Merck), larutan Asam Klorida [HCl] E.Merck, larutan Natrium Hidroksida [NaOH] E.Merck, larutan Perak Nitrat [AgNO₃] E.Merck, toluena (E.Merck), etanol (CV.Harum Kimia), 3-aminopropiltriethoxisilan (Sigma Aldrich), dan larutan Nikel Sulfat [NiSO₄.6H₂O] E.Merck.

2. Prosedur Penelitian

A. Sintesis Silika Gel (SG)

a) Preparasi Bonggol Jagung

Bonggol jagung yang didapat terlebih dahulu dibersihkan dari kotoran yang menempel seperti tanah, debu dan kotoran lainnya, kemudian dicuci dengan air. Bonggol jagung yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan dengan cara dijemur dibawah sinar matahari, kemudian dibakar dengan nyala api hingga diperoleh arang bonggol jagung yang berwarna hitam. Arang bonggol jagung kemudian diabukan dalam furnace pada suhu 700 °C selama 4 jam (Shim *et al.*, 2015).

b) Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Sebanyak 10 gram abu bonggol jagung ditambahkan ke dalam 60 mL aqua *demineralisasi*. Campuran larutan diaduk menggunakan magnetic stirer dan ditambahkan sedikit demi sedikit HCl hingga pH larutan menjadi 1. Campuran tersebut dipanaskan selama 2 jam, kemudian disaring dengan kertas whatman No.41. Residu kemudian dicuci dengan 100 mL aqua *demineralisasi* dan ditambahkan 60 mL NaOH 1M. Campuran tersebut dipanaskan kembali selama 1 jam dan disaring dengan kertas whatman No.41. Residu dicuci dengan 100 mL aqua *demineralisasi* mendidih, kemudian filtrat disatukan dan disimpan sebagai larutan natrium silikat (Okoronkwo *et al.*, 2013).

c) Pembuatan Silika Gel

Larutan natrium silikat yang didapat dipindahkan ke gelas kimia, lalu ditambahkan sedikit demi sedikit HCl hingga mencapai pH 7 dengan pengadukan yang konstan. Kemudian terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian diinkubasi, lalu gel tersebut dicuci dengan aqua *demineralisasi* sampai bebas ion Cl⁻ dan dikeringkan dengan oven pada suhu 80 °C selama 12 jam (Okoronkwo *et al.*, 2013). Gel yang sudah kering selanjutnya digerus dan disaring menggunakan

saringan Mesh 80. Silika Gel hasil sintesis dari bonggol jagung selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*), SAA (*Surface Area Analyzer*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*).

B. Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxisilan (SG-APTES)

Sebanyak 20 gram silika gel kering (sebelumnya telah dioven) ditambahkan ke dalam 100 mL toluena dan ditambahkan 5 mL larutan 3-aminopropiltriethoxisilan. Campuran kemudian direfluks selama 24 jam pada suhu 90 °C. Setelah di refluks, larutan didiamkan hingga dingin dan disaring dengan kertas whatman No.41 dan dicuci dengan 25 mL etanol sebanyak 2 kali. (Quang *et al.*, 2012). Silika gel hasil modifikasi dikeringkan dalam desikator, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan SAA (*Surface Area Analyzer*),

C. Adsorpsi Logam Ni(II) dengan Adsorben SG dan SG-APTES

1. Penentuan pH Optimum

Sebanyak 50 mg adsorben dimasukkan ke dalam 50 mL larutan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10 mg/L dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Pengaturan pH larutan dilakukan dengan cara penambahan sejumlah tertentu NaOH atau HCl. Campuran larutan kemudian diaduk pada 150 rpm selama 30 menit. Larutan disaring dengan kertas saring dan filtratnya dianalisis menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectrometry*). Penelitian dilakukan pada masing-masing adsorben, Silika Gel (SG) dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxisilan (SG-APTES)

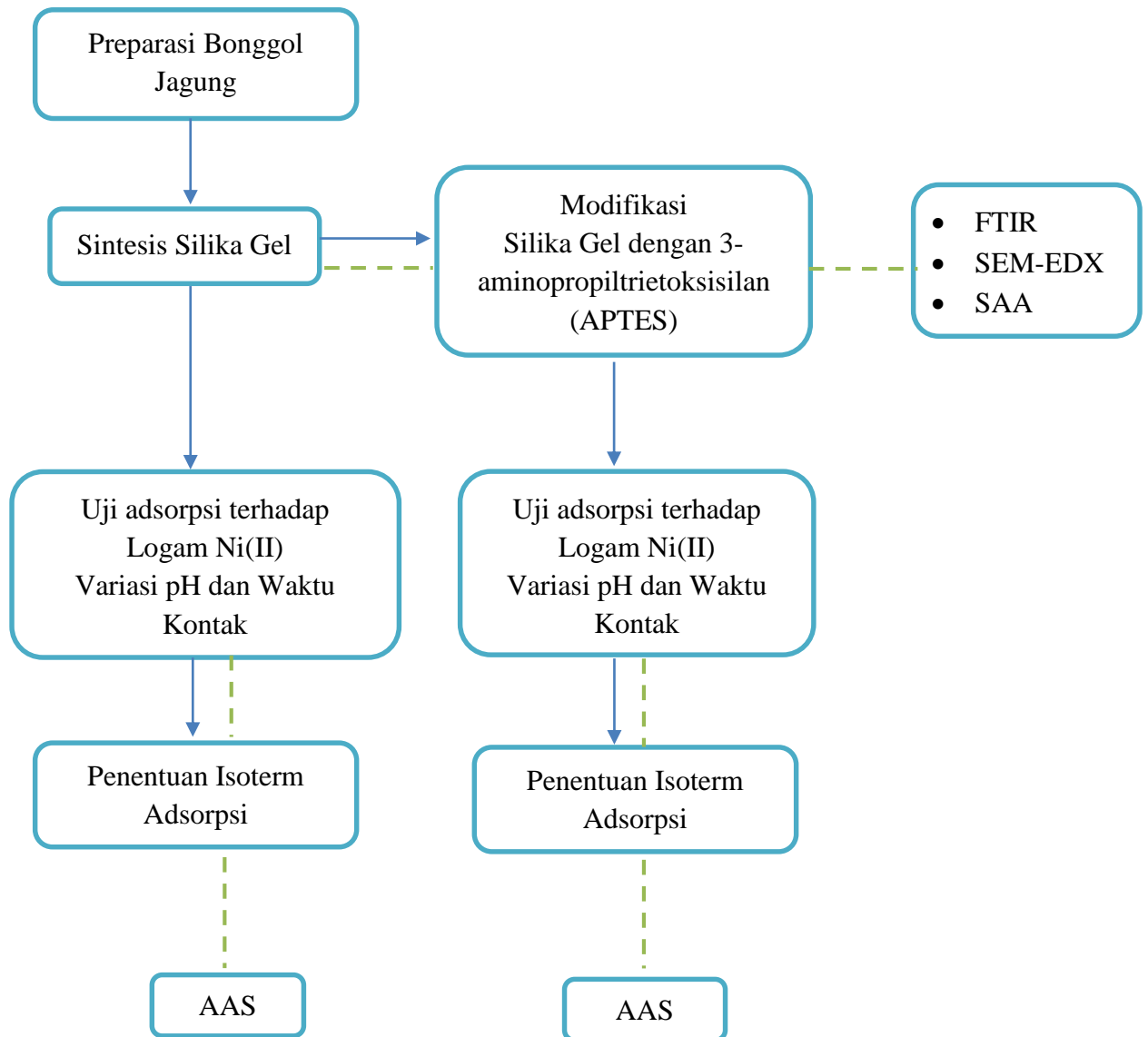
2. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Sebanyak 50 mg adsorben dimasukkan ke dalam 50 mL larutan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10 mg/L pada pH optimum yang diperoleh. Campuran

larutan kemudian dishaker pada 150 rpm selama masing-masing 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Larutan disaring dengan kertas saring dan filtratnya dianalisis menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectrometry*). Penelitian dilakukan pada masing-masing adsorben, Silika Gel (SG) dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES)

3. Penentuan Isoterm Adsorpsi

Penentuan isoterm adsorpsi dilakukan dengan kondisi pH dan waktu kontak optimum pada temperatur ruang. Sebanyak 50 mg adsorben dicampurkan pada larutan logam dengan masing-masing konsentrasi 20 mg/L, 40 mg/L, 80 mg/L 100 mg/L dan 120 mg/L. Campuran dishaker pada 150 rpm dan disaring. Filtrat dianalisis menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectrometry*). Penelitian dilakukan pada masing-masing adsorben, Silika Gel (SG) dan Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (SG-APTES).



Gambar 8. Desain Penelitian

C. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data

Hasil sintesis dan modifikasi silika gel dikarakterisasi dengan instrumen karakterisasi:

1. SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersve X-Ray*) untuk mengetahui bentuk morfologi dan komponen penyusun silika gel hasil sintesis dan modifikasi
2. FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari silika gel hasil sintesis dan modifikasi
3. SAA (*Surface Area Analyzer*) untuk mengidentifikasi luas permukaan, karakteristik pori serta distribusi pori dari silika gel hasil sintesis dan modifikasi.
4. AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*) untuk menentukan jumlah ion logam yang teradsorpsi

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

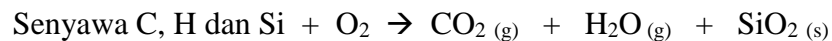
Pada bab ini, pembahasan hasil penelitian dibagi menjadi empat sub bab, yaitu sintesis silika gel dari bonggol jagung, sintesis silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES), uji adsorpsi silika gel dan silika gel termodifikasi APTES terhadap logam Ni(II) dan penentuan model isoterm adsorpsi silika gel dan silika gel termodifikasi APTES terhadap logam Ni(II). Karakterisasi material. Kajian pada setiap sub bab didasarkan atas informasi yang diperoleh dari pengujian menggunakan metode mikroskopi *SEM-EDX* (*Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui morfologi sampel serta unsur-unsur penyusun dari sampel, spektroskopi *FTIR* (*Fourier Transform Infra Red*) yang bertujuan mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada sampel, *SAA* (*Surface Area Analyzer*) untuk mengetahui luas permukaan serta karakteristik pori pada sample. Uji adsorpsi silika gel dan silika gel termodifikasi APTES terhadap logam Ni(II) dilakukan dengan metode spektroskopi *AAS* (*Atomic Absorption Spectrometry*) untuk mengetahui kadar ion logam yang teradsorpsi

A. Sintesis Silika Gel dari Bonggol Jagung (SG)

Tahap ini bertujuan untuk menyintesis silika gel dari bonggol jagung menggunakan metode sol gel. Bonggol jagung yang digunakan adalah bonggol dari jagung manis. Pada tahap ini dilakukan proses preparasi dan sintesis silika gel dari larutan natrium silikat. Preparasi abu bonggol jagung dilakukan dengan pembakaran dan pengabuan dalam furnace pada suhu 700 °C selama 4 jam. Sintesis silika gel dari larutan natrium silikat didasarkan pada penelitian sebelumnya oleh Okoronkwo *et al.* (2013) dengan penambahan larutan NaOH 1M dan pemanasan selama 1 jam, selanjutnya disaring untuk memisahkan filtrat dengan residu. Filtrat ditambahkan HCl hingga terbentuk gel kemudian disaring dan dicuci hingga bebas ion klorida. Gel yang telah bebas dari ion klorida kemudian dikeringkan dan dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX

(*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*).

Pengabuan menggunakan furnace pada suhu 700 °C selama 4 jam menghasilkan abu bonggol jagung yang berwarna putih, seperti pada Gambar 9. Pengabuan dalam furnace ini bertujuan untuk menyempurnakan pembakaran, sehingga seluruh senyawa organik seperti protein, lemak, nitrogen, serat, pentosa, selulose dan lignin terurai menjadi karbon dioksida dan uap air sehingga pada abu hanya tersisa kandungan senyawa-senyawa anorganik (Sriyanti dkk., 2005). Reaksi pengabuan yang terjadi (Nuryono dkk., 2004):

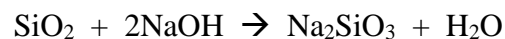


(a)

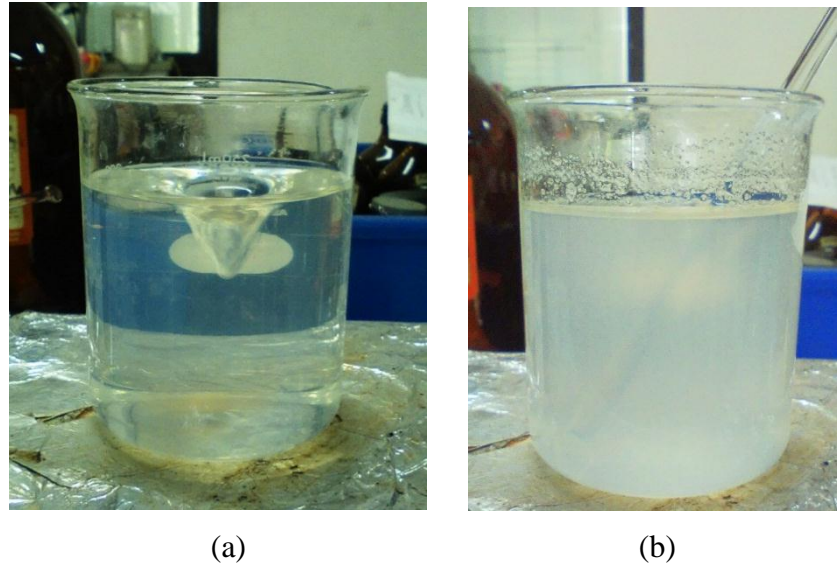
(b)

Gambar 9. Abu bonggol jagung (a) setelah melalui proses pembakaran, (b) setelah diabukan dalam furnace 700 °C selama 4 jam

Penambahan NaOH pada tahap ini bertujuan agar terbentuk larutan natrium silikat sesuai reaksi:

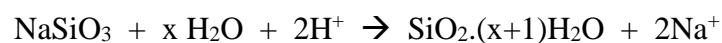


Larutan HCl ditambahkan kedalam larutan natrium silikat untuk membentuk gel. Gel mulai terbentuk saat pH larutan mendekati netral. Pada Gambar 10 terlihat adanya gel yang terbentuk dari hasil netralisasi larutan natrium silikat. Hal ini ditandai dengan adanya kekeruhan, sebelumnya larutan jernih (Gambar 10.a) dan larutan terlihat keruh (Gambar 10.b) setelah gel terbentuk.



Gambar 10. Hasil sintesis silika gel (a) larutan natrium silikat, (b) gel yang terbentuk setelah pH larutan menjadi netral

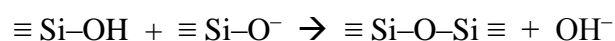
Proses terbentuknya gel dari larutan natrium silikat dengan penambahan larutan asam terjadi melalui reaksi pembentukan ikatan siloksan (-Si-O-Si-).



Dari reaksi tersebut, terlihat bahwa pembentukan gel dipengaruhi oleh konsentrasi proton dalam larutan. Penambahan larutan asam akan menyebabkan semakin tingginya konsentrasi proton (H^+) dalam larutan dan gugus siloksi (Si-O^-) membentuk gugus silanol (Si-OH) (Nuryono dan Narsito, 2005).

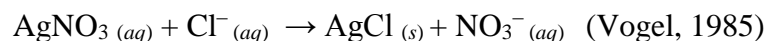


Saat penambahan asam, sebagian gugus $-\text{Si-O}^-$ terprotonasi dan delokalisasi elektron terganggu sehingga atom Si dapat terserang oleh atom O dari spesies $-\text{Si-O}^-$ yang lain dan terjadi reaksi:



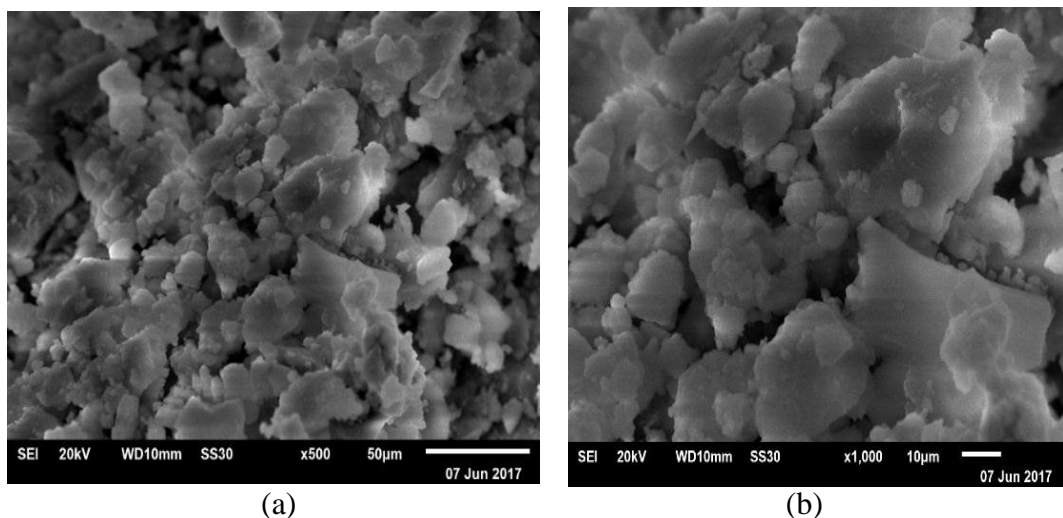
Apabila penambahan asam dilanjutkan maka terjadi peningkatan konsentrasi $-\text{Si-OH}$ dan reaksi tercepat berlangsung apabila tercapai konsentrasi $-\text{Si-OH}$ dan $-\text{Si-O}^-$ dalam jumlah sama (Nuryono dan Narsito, 2005).

Pencucian gel dengan aqua *demineralisasi* bertujuan untuk menghilangkan ion Cl^- . Identifikasi kandungan ion Cl^- dalam larutan dilakukan dengan uji kualitatif menggunakan larutan AgNO_3 . Uji kualitatif ini dilakukan dengan meneteskan larutan perak nitrat (AgNO_3) ke dalam filtrat hasil cucian gel. Apabila sudah tidak terbentuk endapan putih, maka mengindikasikan telah hilangnya ion Cl^- dari gel. Berikut persamaan reaksinya :



1. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan SEM-EDX

Karakterisasi silika gel menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dan komposisi dari silika gel yang telah disintesis. Berikut merupakan morfologi hasil SEM dari Silika Gel :



Gambar 11. Foto SEM silika gel hasil sintesis dari bonggol jagung (a) perbesaran 500x (b) perbesaran 1000x

Gambar diatas menunjukkan morfologi dari silika gel hasil sintesis dari bonggol jagung. Pada gambar terlihat bahwa permukaan silika gel berbentuk butiran-butiran, butiran-butiran tersebut tidak merata yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan silika gel (Supardi dan Diah, 2013).

Pengujian dengan SEM-EDX juga bertujuan untuk mengetahui kadar silikon (Si) dan oksigen (O) yang merupakan unsur penyusun silika (SiO_2). Penentuan komposisi unsur dilakukan dengan metode *Energy Dispersive X-Ray* (EDX), dan hasilnya seperti pada Tabel 2 berikut :

Tabel 2. Komposisi unsur menggunakan EDX dari silika gel hasil sintesis

Unsur	Massa
Si	47,29%
O	52,71%

Data pada Tabel 2 diatas menyatakan komposisi unsur penyusun silika gel, yaitu Si dan O. Unsur-unsur ini memiliki kadar masing-masing 47,29% untuk silika (Si) dan 52,71% untuk Oksigen (O).

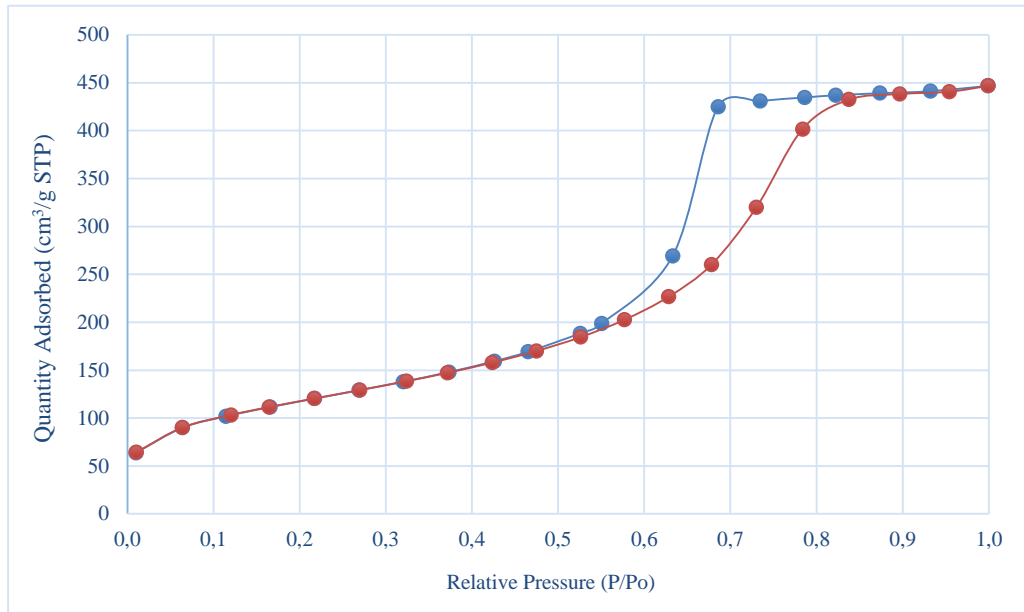
2. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan SAA

SAA (*Surface Area Analyzer*) merupakan salah satu instrumen penting dalam karakterisasi material seperti adsorben. Dengan instrumentasi ini, dapat ditentukan luas permukaan material, jenis pori, karakteristik pori serta distribusi ukuran pori dari material (*micropores*, *mesopores* atau *macropores*).

Tabel 3. Hasil karakterisasi silika gel menggunakan *Surface Area Analyzer*

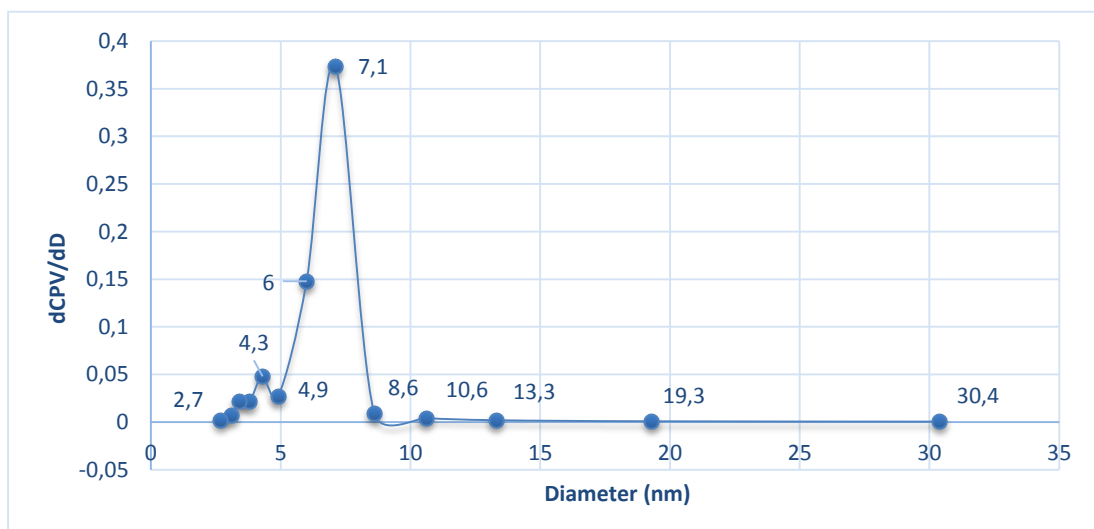
Sampel	S_{BET}	S_{eks}	S_{int}
Silika Gel	423,0871 m ² /g	406,4382 m ² /g	16,6489 m ² /g

Tabel 3 diatas menunjukkan hasil pengukuran BET pada silika gel hasil sintesis. Material silika gel yang disintesis dari bonggol jagung memiliki *surface area* BET sebesar 423,0871 m²/g, dengan *internal surface* sebesar 16,6489 m²/g dan *eksternal surface* sebesar 406,438 m²/g.



Gambar 12. Pola isotherm adsorpsi-desorpsi N₂ terhadap silika gel hasil sintesis

Gambar 12 merupakan pola adsorpsi-desorpsi dari silika gel hasil sintesis. Kurva tersebut menunjukkan pola isotherm tipe IV. Pola adsorpsi-desorpsi pada silika gel hasil sintesis menunjukkan material tersebut memiliki pori yang beragam, mesopori dan mikropori. Mesopori yang terbentuk ditunjukkan pada P/Po diatas 0,5 yang ditandai dengan adanya histerisis. Sedangkan, mikropori terlihat pada P/Po dibawah 0,5 yang ditandai dengan tidak adanya histerisis.

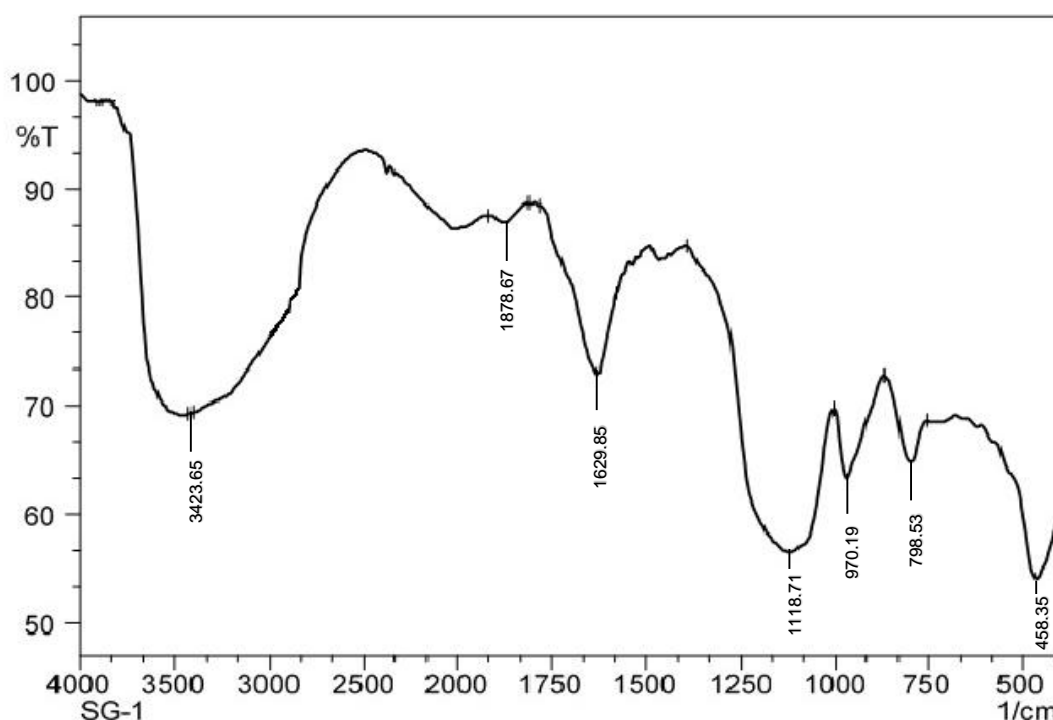


Gambar 13. Kurva distribusi pori dengan metode BJH dari silika gel hasil sintesis

Gambar 13 merupakan kurva BJH desorpsi dari silika gel hasil sintesis. Kurva tersebut menunjukkan distribusi pori dari silika gel hasil sintesis, dengan pori utamanya yaitu mesopori dengan ukuran porinya sekitar 7,1 nm.

3. Karakterisasi Silika Gel Menggunakan FTIR

Untuk mengetahui jenis gugus fungsinya, dilakukan karakterisasi dengan metode spektrofotometri IR. Hasilnya menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan. Hasil spektrum IR dari silika gel hasil sintesis ditunjukkan pada gambar berikut:



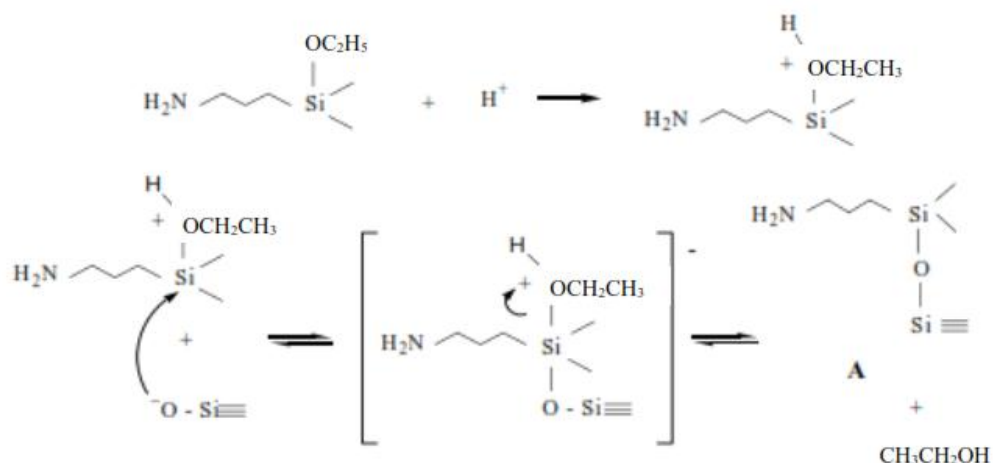
Gambar 14. Spektrum FTIR silika gel hasil sintesis

Hasil spektrum FTIR diatas menunjukkan adanya pita lebar dengan puncak pada bilangan gelombang $3423,65 \text{ cm}^{-1}$ merupakan merupakan vibrasi ulur ikatan O–H, vibrasi tekuk Si–O–H ditunjukkan dengan pita pada bilangan gelombang $1629,85 \text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi ulur Si–O ditunjukkan dengan pita absoprsi pada bilangan gelombang $970,19 \text{ cm}^{-1}$. Puncak pada bilangan gelombang $1118,71 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur asimetri Si–O–Si, vibrasi ulur simetri Si–O–Si pada siloksan ditunjukkan dengan pita pada bilangan

gelombang $798,53 \text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi tekuk Si–O–Si ditunjukkan dengan pita absorpsi pada bilangan gelombang $458,35 \text{ cm}^{-1}$. Secara umum, pita absorpsi yang muncul pada spektrum silika gel menunjukkan gugus fungsi pada silika gel tersebut, yaitu silanol (Si–O–H) dan siloksan (Si–O–Si).

B. Sintesis Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltrioksisilan (SG-APTES)

Modifikasi silika gel bertujuan untuk memperbaiki sifat dan meningkatkan manfaatnya. Pada penelitian ini, silika gel akan dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltrioksisilan. Metode yang digunakan ini didasarkan atas penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Quang *et al.*, (2012). Silika gel disuspensikan ke dalam toluena dan ditambahkan larutan 3-aminopropiltrioksisilan (APTES). Campuran larutan selanjutnya dipanaskan pada suhu $90 \text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam untuk memaksimalkan proses pengikatan gugus amino pada silika gel. Silika gel termodifikasi 3-aminopropiltrioksisilan kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*).

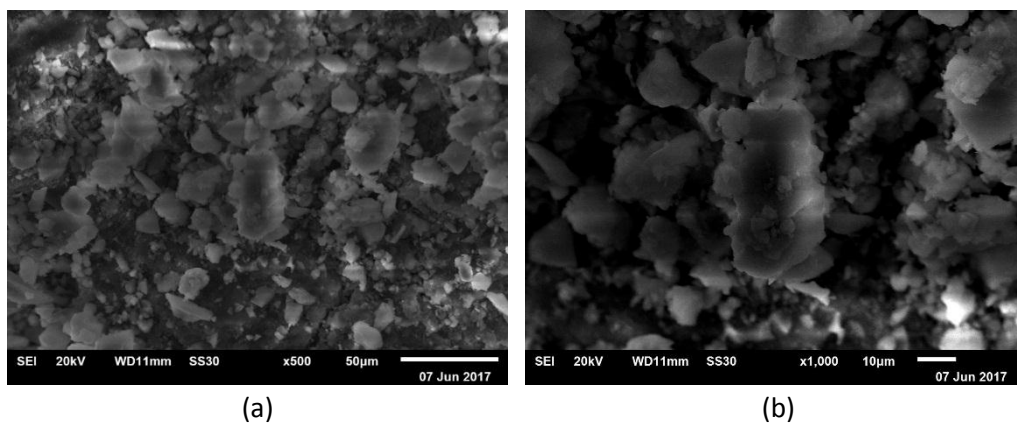


Gambar 15. Mekanisme pembentukan silika gel termodifikasi APTES

Gambar 15 diatas merupakan mekanisme pembentukan silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan. Menurut Sriyanti, dkk (2005) Pembentukan silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES) diawali dengan disosiasi SiOH menjadi SiO^- dan H^+ , lalu H^+ yang bersifat elektrofilik memprotonasi atom O pada gugus etoksi ($-\text{OC}_2\text{H}_5$) dalam senyawa organik 3-aminopropiltrimethoxysilan (APTS). Selanjutnya, spesies anion silikat yang berperan sebagai nukleofil akan menyerang atom Si pada APTES yang mana atom O pada gugus etoksi yang telah terprotonasi. Spesies anion silikat yang masuk akan menggantikan gugus etoksi ($-\text{OC}_2\text{H}_5$) dengan atom O yang telah terprotonasi sehingga terbentuk ikatan siloksan. Gugus etoksi dengan atom O yang telah terprotonasi akan dilepaskan dalam bentuk etanol

1. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan SEM-EDX

Silika gel yang telah dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltriethoxysilan kemudian dikarakterisasi dengan SEM untuk mengetahui bentuk morfologinya. Gambar berikut merupakan hasil analisis SEM untuk silika gel yang telah dimodifikasi:



Gambar 16. Foto SEM silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (a) perbesaran 500x dan (b) perbesaran 1000x

Dari Gambar 16 tersebut dapat dilihat bahwa morfologi dari silika gel hasil modifikasi tidak berubah, terbentuk butiran-butiran seperti pada silika gel hasil sintesis dari bonggol jagung.

Sample dikarakterisasi dengan EDX untuk mengetahui komposisi dari silika gel yang sudah dimodifikasi. Hasil karakterisasi EDX dari silika gel yang sudah dimodifikasi, yaitu:

Tabel 4. Komposisi unsur menggunakan EDX dari silika gel hasil modifikasi

Unsur	% Massa
Si	46,83
O	40,06
N	13,10

Hasil karakterisasi EDX silika gel termodifikasi 3-aminopropiltrioksisilan diatas menunjukkan bahwa silika gel berhasil dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltrioksisilan. Hasilnya, terdapat unsur baru yang terdeteksi dari silika gel hasil modifikasi. Unsur tersebut adalah unsur N, unsur nitrogen (N) didapatkan dari 3-aminopropiltrioksisilan yang mengandung gugus amina. Persentase masing-masing unsur didalamnya, yaitu Silikon (Si) sebanyak 46,83 %. Oksigen (O) sebanyak 40,06 % dan Nitrogen (N) sebanyak 13,10 %.

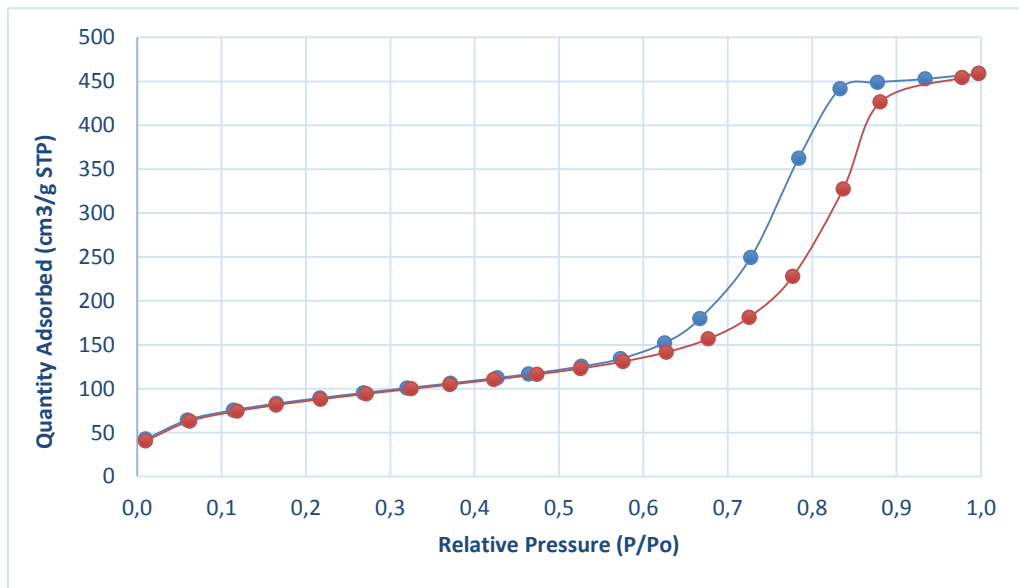
2. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan SAA

Untuk mengetahui luas permukaan dan distribusi porinya, silika gel hasil modifikasi dikarakterisasi menggunakan SAA (*Surface Area Analyzer*).

Tabel 5. Hasil karakterisasi silika gel termodifikasi APTES menggunakan *Surface Area Analyzer*

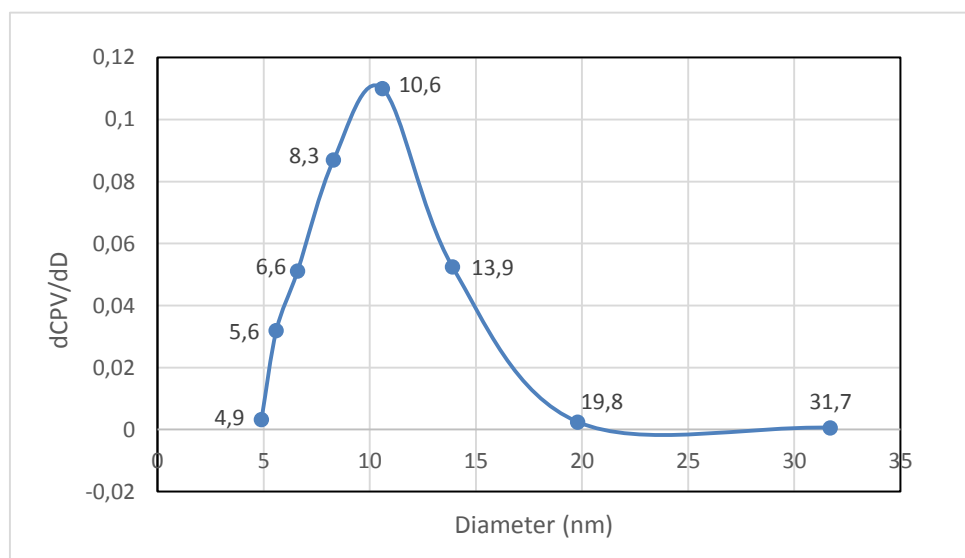
Sampel	S_{BET}	S_{eks}	S_{int}
Silika Gel-APTES	310,3329 m ² /g	299,7724 m ² /g	10,5605 m ² /g

Tabel 5 diatas menunjukkan hasil pengukuran BET pada silika gel hasil modifikasi. Material silika gel hasil modifikasi memiliki *surface area* BET sebesar 310,3329 m²/g, dengan *internal surface* sebesar 10,5605 m²/g dan *eksternal surfaceny*a sebesar 299,7724 m²/g.



Gambar 17 . Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ pada silika gel hasil modifikasi

Gambar 17 diatas merupakan pola adsorpsi-desorpsi dari silika gel hasil modifikasi. Kurva tersebut menunjukkan pola isoterm tipe IV. Pola adsorpsi-desorpsi pada silika gel hasil modifikasi menunjukkan hasil yang tidak jauh berbeda dengan sebelum modifikasi. Silika gel hasil modifikasi memiliki pori yang beragam, mesopori dan mikropori. Mesopori yang terbentuk ditunjukkan pada P/Po diatas 0,55 yang ditandai dengan adanya histerisis. Sedangkan, mikropori terlihat pada P/Po dibawah 0,55 yang ditandai dengan tidak adanya histerisis.

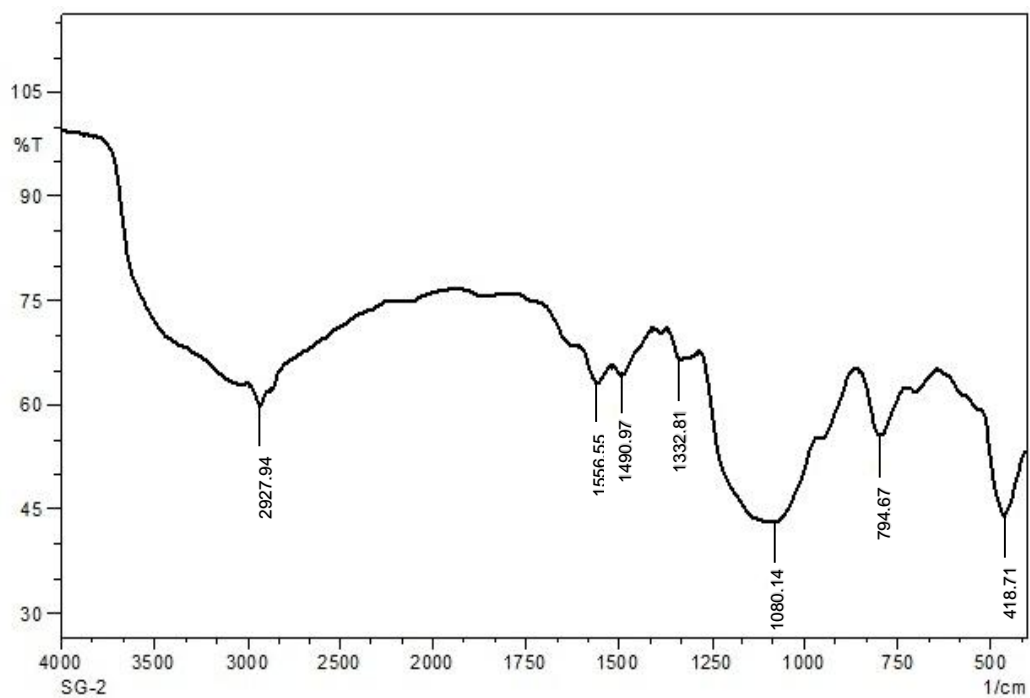


Gambar 18 . Kurva distribusi pori dengan metode BJH dari silika gel hasil modifikasi

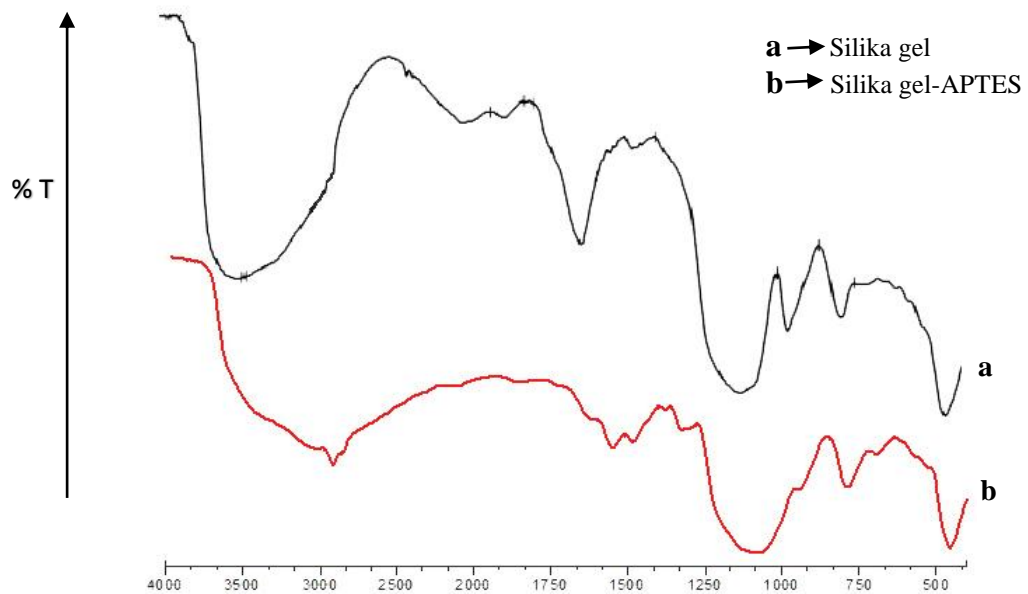
Gambar 18 merupakan kurva BJH desorpsi dari silika gel hasil modifikasi. Kurva tersebut menunjukkan distribusi pori dari silika gel hasil modifikasi, dengan pori utamanya yaitu mesopori dengan ukuran porinya sekitar 10,6 nm.

3. Karakterisasi Silika Gel-APTES Menggunakan FTIR

Untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada pada silika gel yang telah dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltriethoxysilan, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR. Hal ini juga bertujuan untuk mengoreksi apakah modifikasi yang dilakukan berhasil atau tidak. Setelah proses modifikasi, beberapa pola spektrum mengalami perubahan. Berikut ini gambar pola spektrum IR dari silika gel yang telah dimodifikasi:



Gambar 19. Spektrum FTIR silika gel hasil modifikasi



Gambar 20. Perbandingan Spektrum FTIR Silika Gel sebelum dan setelah modifikasi

Gambar 19 merupakan gambar spektrum FTIR silika gel setelah melalui proses modifikasi dan Gambar 20 merupakan gambar perbandingan spektrum FTIR antara silika gel sebelum dan setelah modifikasi. Dari gambar 20 terlihat perbedaan pita serapan yang muncul antara silika gel sebelum modifikasi (a) dengan silika gel hasil modifikasi (b). Pada silika gel hasil modifikasi (b), muncul pita absorpsi lebar pada bilangan gelombang antara 3000 cm^{-1} – 3500 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur O–H, vibrasi ulur asimetri Si–O–Si muncul pada bilangan gelombang $1080,14\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi tekuk Si–O–Si muncul pada bilangan gelombang $418,71\text{ cm}^{-1}$. Pada spektrum FTIR silika gel sebelum modifikasi (a) terdapat pita absorpsi yang muncul pada bilangan gelombang $970,19\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur Si-O dari silanol, namun pada spektrum FTIR silika gel hasil modifikasi (b) tidak ditemukan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 900 cm^{-1} , dikarenakan berkurangnya jumlah gugus silanol akibat terjadinya kondensasi dengan senyawa amin (Limatahu, 2014). Adanya puncak baru pada spektrum silika gel hasil modifikasi (b) muncul pada bilangan gelombang $2927,94\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur C-H dari rantai propil. Pita absorpsi pada bilangan gelombang $1490,97\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi C–C dari rantai CH_2

pada gugus propil. Vibrasi tekuk N-H₂ muncul pada bilangan gelombang 794,67 cm⁻¹. Pita absorpsi ulur untuk gugus -N-H₂ seharusnya muncul pada bilangan gelombang antara 3200 cm⁻¹-3500 cm⁻¹ (doublet). Namun, pada hasil ini tidak ditemukan pita vibrasi ulur untuk gugus -N-H₂, hal ini disebabkan karena pita tersebut tertutup oleh pita vibrasi ulur gugus O-H. Pita absorpsi yang muncul pada spektrum silika gel hasil modifikasi menunjukkan silika gel telah berhasil dimodifikasi, terbukti dengan munculnya puncak baru yang spesifik yang sebelumnya tidak terdapat pada silika gel sebelum dimodifikasi.

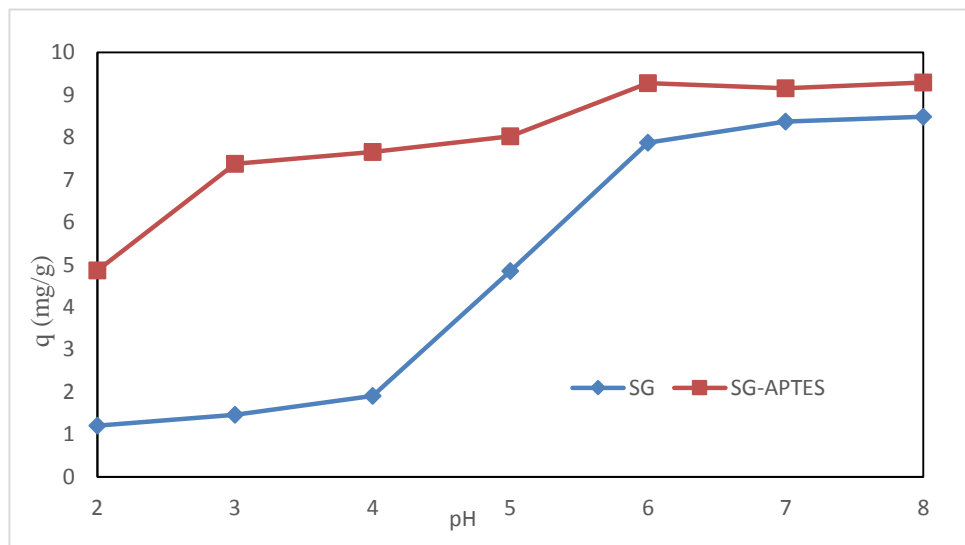
C. Uji Adsorpsi Terhadap Logam Ni(II)

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh variasi pH larutan dan waktu kontak terhadap jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi. Tujuan dilakukannya variasi ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum adsorpsi logam Ni(II) sehingga adsorben dapat berfungsi secara optimum untuk mengadsorpsi ion logam Ni(II) dalam larutan.

1. Penentuan pH Optimum

Pada proses adsorpsi ion logam, ada dua kondisi penting yang perlu diperhatikan dan akan mempengaruhi proses adsorpsi logam, yaitu kondisi asam pada larutan dan pada kondisi basa pada larutan. Pada kondisi asam, keberadaan proton pada situs aktif dari molekul pengompleks akan terprotonasi. Sedangkan pada kondisi basa, akan terbentuk hidroksida dan beberapa ion logam akan mengalami pengendapan. (Buhani *et al.*, 2009).

Penentuan pH optimum dilakukan pada kondisi massa adsorben, waktu kontak, suhu, dan konsentrasi yang konstan. pH larutan divariasikan pada pH 2 hingga pH 8. Volume dan massa adsorben dibuat tetap, yaitu 50 mL dan 0,05 gram. pH optimum ditentukan melalui proses adsorpsi terhadap larutan logam Ni(II).

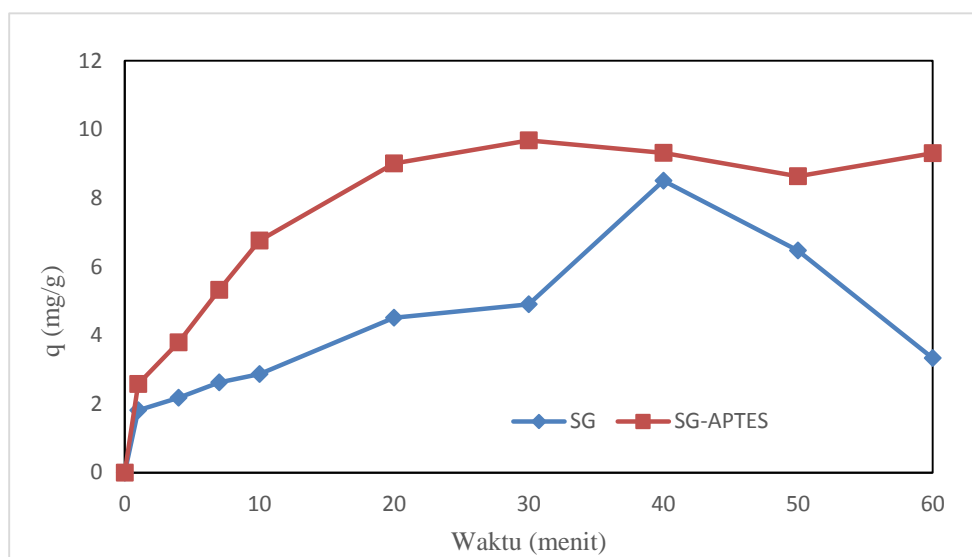


Gambar 21. Grafik jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben terhadap variasi pH larutan logam

Nilai pH dapat mempengaruhi proses adsorpsi, pH mempengaruhi distribusi muatan pada permukaan adsorben akibat reaksi protonasi maupun deprotonasi situs aktif adsorben, pH juga dapat mempengaruhi spesi adsorbat dalam larutan. Gambar 21 diatas memperlihatkan kurva perbandingan kapasitas adsorpsi (q) dengan pH larutan pada kedua adsorben. Pada Kurva terlihat bahwa adsorben silika gel (SG) mengadsorpsi ion logam Ni(II) paling banyak pada pH 7 dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar 8,628 mg/g sedangkan pada silika gel termodifikasi 3-aminopropiltrioksisilan (APTES) adsorpsi paling besar terjadi pada pH 6 larutan dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar 9,275 mg/g. Adsorpsi pada kedua adsorben (SG dan SG-APTES) pada pH 8 mengalami kenaikan kapasitas adsorpsi, namun hal ini dimungkinkan karena spesi ion Ni(II) mulai berubah membentuk NiOH^+ Menurut literatur, logam Ni(II) pada pH 8 sudah mulai membentuk NiOH^+ yang ditandai dengan terbentuknya endapan (Baes and Messmer, 1976)

2. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Penentuan waktu kontak optimum dilakukan pada kondisi massa adsorben, pH, suhu, dan konsentrasi yang konstan. Waktu kontak pada proses adsorpsi larutan divariasikan pada 1 menit, 4 menit, 7 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit, 50 menit dan 60 menit. Volume dan massa adsorben dibuat tetap, yaitu 50 mL dan 0,05 gram. pH optimum ditentukan melalui proses adsorpsi terhadap larutan logam Ni(II). Pengaruh waktu kontak terhadap jumlah ion logam yang teradsorpsi ditampilkan pada Gambar 22.



Gambar 22. Grafik jumlah ion logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben terhadap variasi pH larutan logam

Waktu kontak merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi, dimana semakin lama waktu kontak maka proses difusi dan penyerapan molekul adsorbat akan berlangsung lebih baik hingga mencapai kondisi stabil atau konstan ketika telah terjadi kesetimbangan.

Dari kurva tersebut terlihat bahwa adsorben silika gel (SG) mengadsorpsi ion logam Ni(II) optimum pada 40 menit dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar 8,504 mg/g sedangkan pada silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilane (APTES) adsorpsi optimum terjadi pada waktu 30 menit dengan jumlah ion logam yang teradsorpsi sebesar 9,682 mg/g. Dari hasil tersebut, terlihat bahwa silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilane lebih efektif mengadsorpsi ion logam. Waktu yang digunakan pada silika hasil

modifikasi 3-aminopropiltrioksisilan lebih sedikit dibandingkan pada silika gel sebelum dimodifikasi.

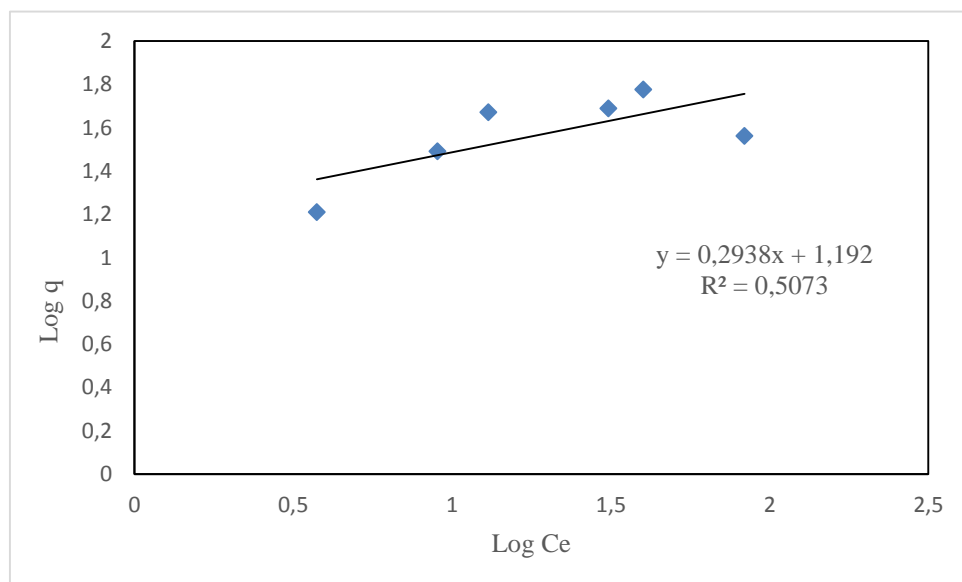
D. Penentuan Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi digunakan untuk mengetahui proses adsorpsi yang terjadi pada saat kesetimbangan. Isoterm adsorpsi diperoleh dengan cara mengalurkan variabel-variabel dalam grafik yang akan menghasilkan suatu persamaan garis linear yang akan digunakan untuk mengestimasi mekanisme adsorpsi yang terjadi. Pada penelitian ini digunakan dua jenis model isoterm adsorpsi yaitu isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich.

a) Isoterm adsorpsi pada proses adsorpsi logam Ni(II) terhadap adsorben Silika Gel

1. Isoterm Adsorpsi Freundlich

Model isoterm adsorpsi Freundlich menggambarkan sistem yang heterogen. Model isoterm adsorpsi Freundlich memprediksikan konsentrasi adsorbat pada adsorben akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan adsorbat.



Gambar 23. Kurva isoterm adsorpsi Freundlich Silika Gel

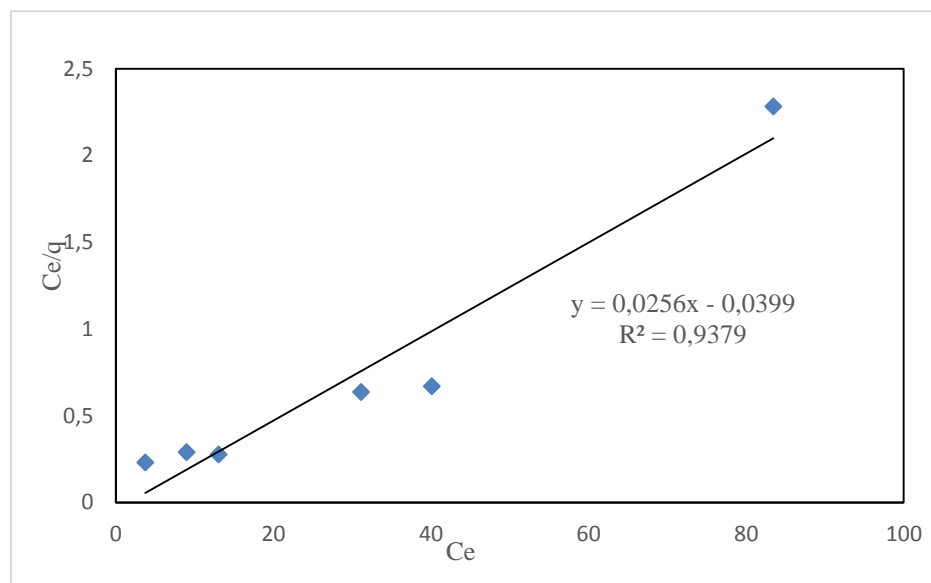
Gambar 23 diatas menggambarkan plot grafik antara log q sebagai sumbu y terhadap log Ce sebagai sumbu x. Hasilnya persamaan linear $y = 0,2938x +$

1,192 dengan R^2 sebesar 0,5073. Dari persamaan garis diperoleh dua parameter isoterm adsorpsi Freundlich yaitu $1/n$ dan K_f . Pada adsorpsi logam Ni(II) pada silika gel diperoleh nilai $1/n$ sebesar 0,2938. Nilai K_f yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 15,55 mg/g

2. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Model isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa permukaan adsorben mempunyai sejumlah tertentu situs adsorpsi yang sebanding dengan luas permukaan adsorben. Setiap situs aktif adsorben hanya dapat mengadsorpsi satu molekul adsorbat sehingga terbentuk lapisan adsorpsi monomolekular. Apabila situs aktif adsorpsi belum jenuh dengan molekul adsorbat, maka kenaikan konsentrasi adsorbat selalu disertai dengan naiknya jumlah ion logam yang teradsorpsi, sebaliknya bila situs aktif adsorpsi sudah jenuh oleh molekul adsorbat, maka kenaikan konsentrasi adsorbat relatif tidak meningkatkan jumlah logam yang teradsorpsi (Oscik 1982).

Grafik isoterm adsorpsi Langmuir diperoleh dengan mengalurkan C_e/q (g/L) terhadap C_e (mg/L), Persamaan garis yang diperoleh yaitu $y = 0,0256x - 0,0399$ dengan koefisien korelasi sebesar $R^2 = 0,9379$. Dari persamaan didapatkan parameter isoterm adsorpsi Langmuir q_{maks} dan K_L . Nilai q_{maks} dihitung dari garis *slope* yaitu sebesar 39,06 mg/g. Nilai K_L dihitung dari *intercept* persamaan garis sebesar 0,641 L/mg. Konstanta Langmuir (K_L) merupakan konstanta kesetimbangan proses adsorpsi. Semakin besar nilai K_L maka laju adsorpsi yang terjadi semakin besar.



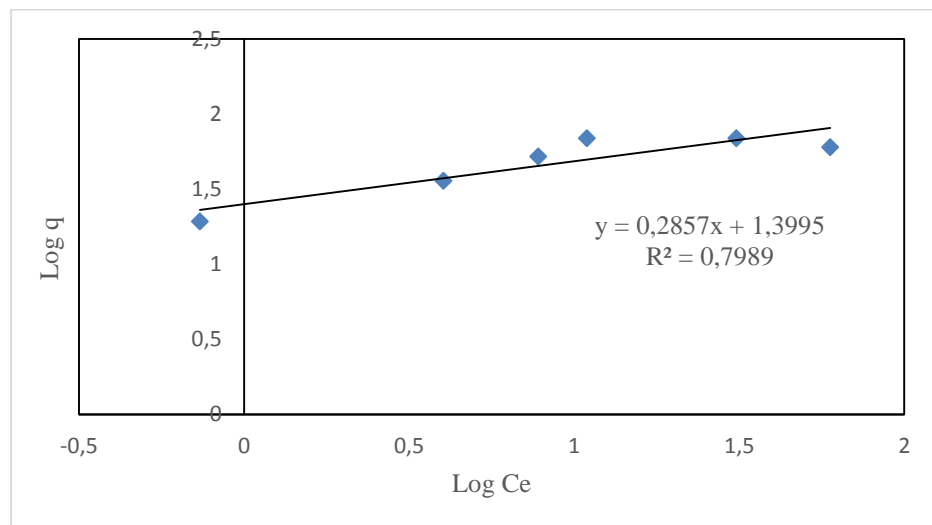
Gambar 24. Kurva isoterm adsorpsi Langmuir Silika Gel

Nilai koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh dari persamaan model isoterm adsorpsi Langmuir lebih besar dibandingkan dengan isoterm adsorpsi Freundlich. Dengan demikian, model isoterm Langmuir lebih cocok untuk menggambarkan proses adsorpsi SG terhadap ion logam Ni(II)

b) Isoterm adsorpsi pada proses adsorpsi logam Ni(II) terhadap adsorben Silika Gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan

1. Isoterm Adsorpsi Freundlich

Model isoterm adsorpsi Freundlich menggambarkan sistem yang heterogen. Model isoterm adsorpsi Freundlich memprediksikan konsentrasi adsorbat pada adsorben akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan adsorbat.

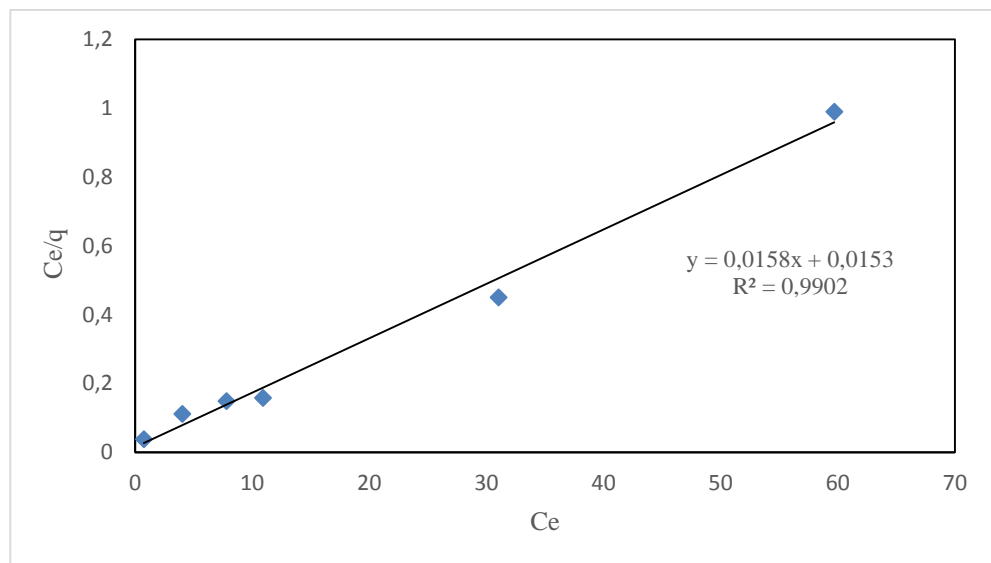


Gambar 25. Kurva isoterm adsorpsi Freundlich Silika Gel-APTES

Gambar 25 diatas menunjukkan plot grafik antara log q sebagai sumbu y terhadap log Ce sebagai sumbu x. Hasilnya persamaan linear $y = 0,2857x + 1,3995$ dengan R^2 sebesar 0,7989. Dari persamaan garis diperoleh dua parameter isoterm adsorpsi Freundlich yaitu $1/n$ dan K_f . Nilai $1/n$ dihitung dari *slope*. Pada adsorpsi logam Ni(II) pada adsorben SG-APTES diperoleh nilai $1/n$ sebesar 0,2857. Nilai K_f yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 25,08 mg/g.

2. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Grafik isoterm adsorpsi Langmuir diperoleh dengan mengalurkan Ce/q (g/L) terhadap Ce (mg/L), Persamaan garis yang diperoleh yaitu $y = 0,0158x + 0,0153$ dengan koefisien korelasi sebesar $R^2 = 0,9902$. Dari persamaan didapatkan parameter isoterm adsorpsi Langmuir q_{maks} dan K_L . Nilai q dihitung dari garis *slope* yaitu sebesar 63,29 mg/g. Nilai K_L dihitung dari *intercept* persamaan garis sebesar 1,03 L/mg. Konstanta Langmuir (K_L) merupakan konstanta kesetimbangan proses adsorpsi. Semakin besar nilai K_L maka laju adsorpsi yang terjadi semakin besar.



Gambar 26. Kurva isoterm adsorpsi langmuir Silika Gel-APTES

Nilai koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh dari persamaan model isoterm adsorpsi Langmuir lebih besar dibandingkan dengan isoterm adsorpsi Freundlich. Dengan demikian, model isoterm Langmuir lebih cocok untuk menggambarkan proses adsorpsi SG-APTES terhadap logam Ni(II).

Tabel 6. Parameter isoterm adsorpsi ion logam Ni(II) pada silika gel hasil sebelum dan setelah modifikasi

Sampel	Isoterm adsorpsi	Isoterm adsorpsi
	Langmuir	Freundlich
Silika gel	$R^2 : 0,9379$	$R^2 : 0,5073$
	$q : 39,06 \text{ mg/g}$	$K_f : 63,29 \text{ mg/g}$
	$K_L : 0,641 \text{ L/mg}$	$1/n : 0,2938$
Silika gel-APTES	$R^2 : 0,9902$	$R^2 : 0,7989$
	$q : 63,29 \text{ mg/g}$	$K_f : 25,08 \text{ mg/g}$
	$K_L : 1,03 \text{ L/mg}$	$1/n : 0,2857$

Tabel 6 diatas menunjukkan bahwa silika gel sebelum modifikasi dan setelah modifikasi mengikuti pola isoterm Langmuir. Kapasitas adsorpsi masing-masingnya adalah 39,06 mg/g dan 63,29 mg/g.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

- Silika gel dapat disintesis dari bonggol jagung dan dimodifikasi dengan gugus 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES)
- Nilai pH dan waktu kontak mempengaruhi proses adsorpsi Logam Ni(II) menggunakan adsorben Silika Gel-APTES. Kondisi optimum adsorpsi pada pH 6,0 dan waktu kontak selama 30 menit.
- Kemampuan adsorpsi silika gel setelah dimodifikasi dengan APTES lebih besar dibandingkan dengan silika gel sebelum dimodifikasi APTES.
- Studi isoterm adsorpsi menunjukkan adsorpsi logam Ni(II) dengan silika gel dan silika gel termodifikasi APTES sesuai dengan isoterm Langmuir. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum (q_{maks}) masing-masing adsorben tersebut adalah 39,06 mg/g dan 63,29 mg/g sedangkan nilai konstanta Langmuirnya 0,64 L/mg dan 1,03 L/mg

B. Saran

1. Dilakukan penelitian lanjutan untuk optimasi massa adsorben terhadap adsorpsi logam Ni(II) dengan adsorben Silika Gel-APTES
2. Dilakukan penelitian lebih lanjut untuk penentuan energi yang terlibat dalam proses adsorpsi dan menentukan model kinetika adsorpsi yang terjadi pada adsorben Silika Gel-APTES terhadap logam Ni(II)
3. Mengaplikasikan adsorben Silika Gel-APTES secara langsung untuk adsorpsi limbah cair industri

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., 1990. *Physical Chemistry of Surfaces*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- [Anonim]. 2015. Air Sungai di Indonesia Tercemar Berat. <http://nationalgeographic.co.id/berita/2016/05/air-sungai-di-indonesia-tercemar-berat/2>. [Sabtu, 01 Juli 2017].
- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*, 5thed. New York: John Wiley & Sons
- Arunkumar, C., Perumal, R., Narayanan, L., dan Arunkumar, J. 2014. Use of Corn Cob as Low Cost Adsorbent for the Removal of Nickel (II) From Aqueous Solution, *International Journal of Advanced Biotechnology and Research (IJBR)*, 5 (3), 325-330
- Baes, C. F. and Mesmer, R. E. 1976. *The Hydrolysis of Cations*. 1976. new York: John Wiley & Sons
- Barrow, G. M. 1979. *Physical Chemistry* 4thed. Tokyo: Mc Graw Hill International Book Company.
- [BPS] Biro Pusat Statistik. 2015. Status Kualitas Air Sungai 2007-20014. <https://www.bps.go.id/linkTabelStatis/view/id/1372>. [01 Juli 2017]
- Brinker, C.J., dan Scherer, W.J., *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego: Academic Press
- Buhani, Narsito, Nuryono, Kunarti, E.S. 2009. Amino and mercapto silica hybrid for Cd(II) adsorption in aqueous solution. *Indonesian Journal of Chemistry*. 9 (2), 170-176.
- Camel, V. 2003. Solid Phase Extraction of Trace Elements, *Spectrochim. Acta Part B*, 58: 1177-1233.
- Chanadee, T and chaiyarat, S. 2016. Preparation and characterization of low cost silica powder from sweet corn cob (zea mays saccharata L). *J. Mater. Environ. Sci.* 7 (7) 2369-2374
- Coman, V., Robotin, B., Ilea, P. 2013. Nickel Recovery/Removal from Industrial Wastes: A Review. *Journal of Resources, Conservation and Recycling*. 73: 229-238.
- Damayanti, Rachma. 2016. Sintesis Dan Uji Adsorpsi Silika Gel Termodifikasi 3-Aminopropiltriethoxysilane (APTS) Dari Bonggol Jagung Terhadap Logam Pb(II) Dalam Medium Air. [Skripsi]. Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jakarta.

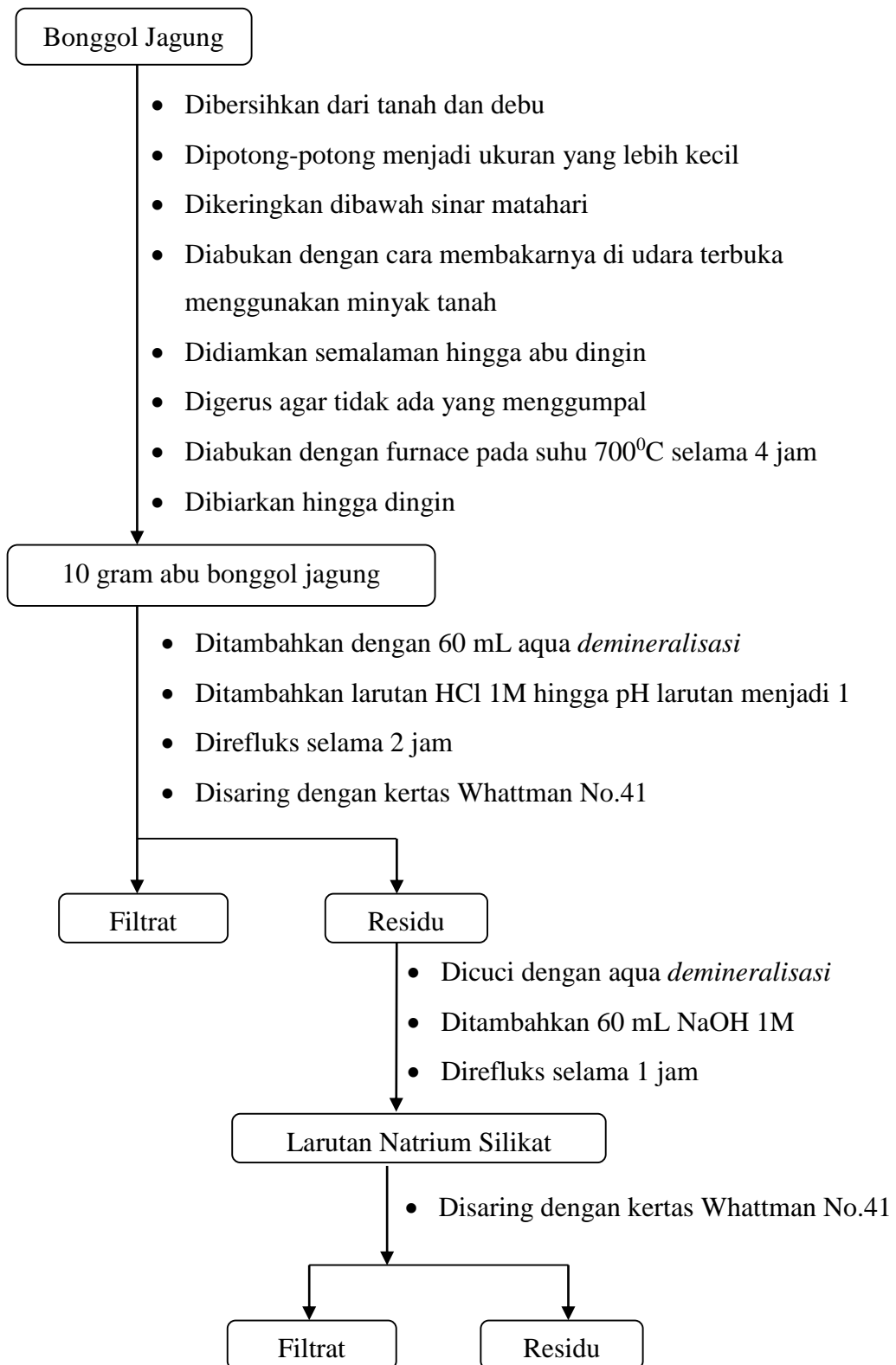
- Fajarina, Desy. 2013. Aplikasi Hidrogel Poli(Asam Akrilat)-Kitosan Hasil Iradiasi Gamma sebagai Adsorben Ion Pb(II) dan Cd(II): Studi Isoterm, Kinetika, dan Termodinamika Adsorpsi. [Skripsi]. Depok: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.
- Gimbert, F., N. Morin-Crini, F. Renault, P. Badot, G. Crini. 2008. Adsorption Isotherm Models for Dye Removal by Cationized Starch-Based Material in A Single Component System: Error Analysis. *Journal of Hazardous Materials* 157, 34–46.
- Gregg, S.J. and Sing, K.S.W., 1982. Adsorpsi, Surface and Porosity 2nded. London: Academic Press.
- [ITCP] Indonesian Trade Promotion Center. 2013. Market Brief : Jagung. http://djpen.kemenag.go.id/app_frontend/admin/docs/researchcorner/9911376300311.pdf [1 Juli 2017]
- Jal, P.K., Patel, S., and Mishra, B.K., 2004, Chemical Modification of Silica Surface by Immobilization of Functional Groups for Extractive Concentration of Metal Ions, *Talanta*, Volume 62: 1005-1028.
- Juniarti, D. R. 2016. Pengaruh Sonikasi dan Zat Pengemban (Carrier) Terhadap Adsorpsi Zat Warna Disperse Red 50 Pada Kain Poliester. [Skripsi]. Depok: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.
- Laksono, Endang Widjajanti. 2002. Analisis daya adsorpsi suatu adsorben. Di dalam: kegiatan PPM. Yogyakarta 26 Oktober 2002. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta, hlm 1-7
- Larry, D. and P. E. Hanke. 2001. Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy in Handbook of Analytical Method for Materials. Materials Evaluation and Engineering. Inc pp. 13-14
- Limatahu, N. A. 2014. Adsorption of Metal Cr(III) On Amino-Silica Hybrid From Rice Hull Ash. *Chemical and Process Engineering Research*. Vol. 20. Hal. 30-34.
- Mahardika, Deddy. 2014. Biokomposit Kulit Pisang-Nanokitosan untuk Adsorpsi Ion Logam Pb(II), Cd(II), dan Cu(II) : Studi Isoterm, Kinetika, dan Termodinamika Adsorpsi. [Skripsi]. Depok: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.
- Maula, Minhatul. 2014. Adsorpsi Zat Warna Congo Red Menggunakan Serat Koran Bekas Termodifikasi Nanokitosan. [Skripsi]. Depok: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia
- [NMSU] New Mexico State University. 2017. Introduction atomic absorption spectroscopy (AAS) is the measurement of an absorption of optical radiation

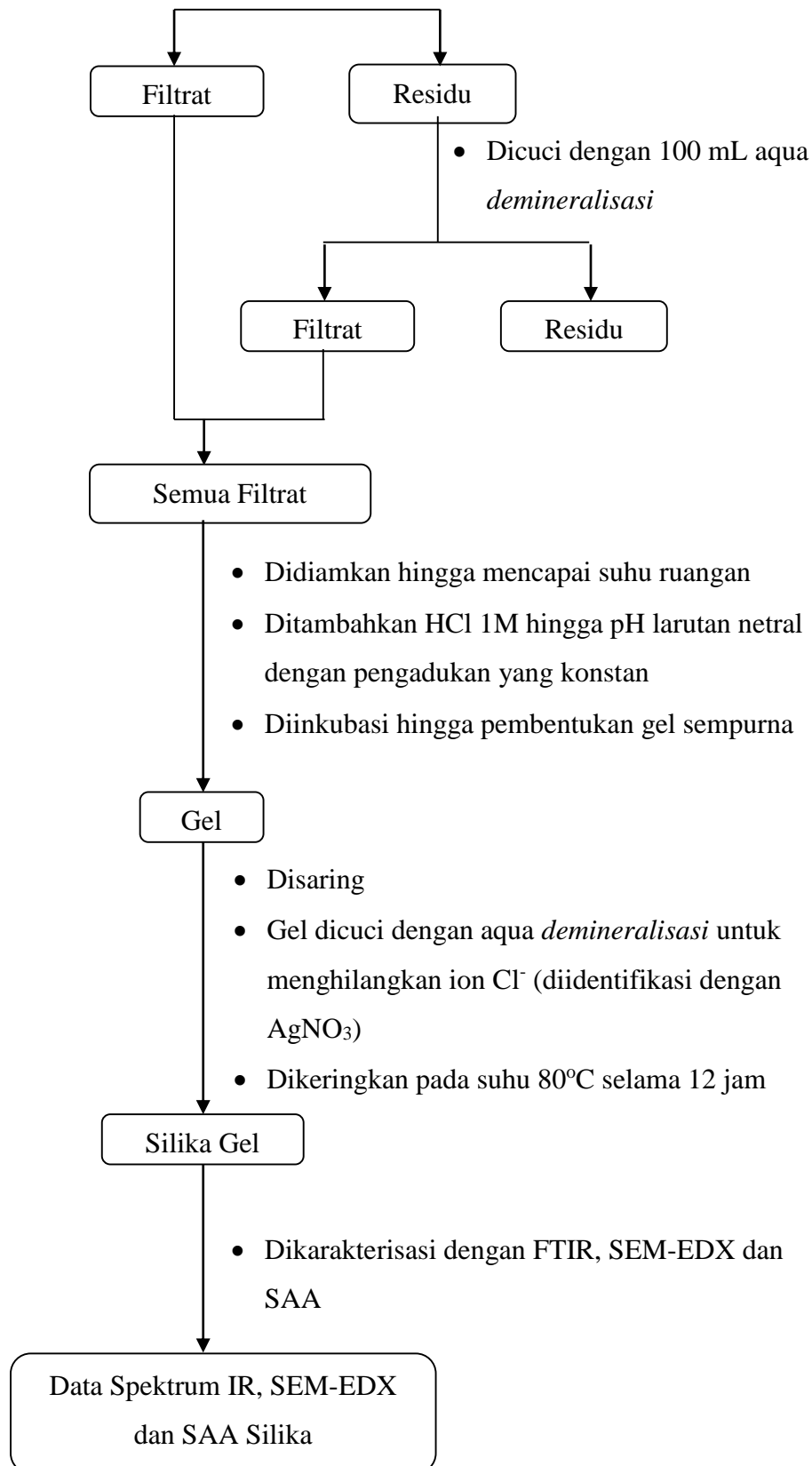
- by atoms in the gaseous state. Instrumentation. <https://nmsu.edu/~kburke/instrumentation/AAS1.html> [16 Agustus 2017]
- Nuryono dan Narsito. 2006. Adsorpsi Zn (II) dan Cd (II) Pada Hibrid Amino-Silika Dari Abu Sekam Padi. *Journal Alchemy*. Vol.5 (2), hlm.: 1-12.
- Nuryono. 2004. Effect of NaOH concentration on destruction of rice husk ash with wet technique, *Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004*, FMIPA Undip, Semarang
- Connell, D.W. and G.J. Miller. 1995. Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran Penerjemah: Y Kastoer. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Dumrul, H., Kursunlu, A. N., Kocyigit, O., Guler, O., Ertul, S. 2011. Adsorptive removal of Cu(II) and Ni(II) ions from aqueous media by chemical immobilization of three different aldehydes. *Desalination*, Vol 271. 92-99
- Okoronkwo, E. A., Imoisili, P. E., Olusunle, S. O. O. 2013. Extraction and Characterization of Amorphous Silica from Corn Cob Ash by Sol-Gel Method. *Chemistry and Material Research*, 3 (4), 68-72.
- Opeolu, B. O., bamgbose, O., Arowolo, T. A., Adetunji, M. T. 2009. Utilization of Maize (*Zea mays*) cob as an adsorbent for lead (II) removal from aqueous solution and industrial effluent. *Academic Journal*, 8(8), 1567-1573
- Oscik, J. 1982. Adsorption. New York: John Wiley & Sons.
- Oweye, S. S., Oji, B., Aderiye, J. 2015. Effect of temperature, time and atmospheric condition on active silica extraction from corn cob ash. *International Journal of Engineering Technology Innovation.*, 2(3); 1-5
- Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 01 Tahun 2010 Tentang Tata Laksana Pengendalian Pencemaran Air.
- Putri, E. A. 2016. Adsorpsi logam pb(II) menggunakan komposit silika gel dari sekam padi termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES)-Karbon aktif dari tempurung kelapa. [Skripsi]. Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jakarta.
- Quang, D. V., Kim, J. K., Sarawade, P. B., Tuan, D. H., Kim, H. T. 2012. Preparation of Amino-Functionalized silica for Copper Removal from an Aqueous Solution. *J. Ind. Eng. Chem*, Vol. 18, 83-87.
- Shim, J., Velmurugan, P., Oh B. T. 2015. Extraction and Physical Characterization of Amorphous Silica Made from Corn Cob Ash At Variable pH Conditions via Sol Gel Processing. *J. Ind. Eng. Chem*, Vol 30, 249-253
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. 2007. Principles of Instrumental Analysis 6th Edition. Belmont: Brooks/Cole.

- Sriyanti, Taslimah, Nuryono dan Narsito. 2005. Sintesis bahan hibrida amino-silika dari abu sekam padi melalui proses sol-gel. *JKSA*. Vol 8(1): 1-10
- Sudarmaji, J. Mukono, Corie I.P. 2006. Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan. Unair: Kesehatan Lingkungan FKM.87
- Sulastri, S dan Kristianingrum, S. 2010. Berbagai macam senyawa silika: sintesis, karakterisasi dan pemanfaatan. Prosiding seminar nasional penelitian, pendidikan dan penerapan MIPA. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Supardi, Z. A. I., dan Diah, H. K. 2013. Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Absorpsi Kelembapan Udara. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. Vol.02 (3):23-26
- Thommes, M., Kaneko, K., V., Alexander, Neimark, P., James, Olivier. 2015. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.*
- Velmurugan, P., Shim, J., Lee, Kui-Jae., Cho, M., Lim, S. S., Seo, S. K., Cho, K. M., Bang, K. S., Oh, B. T. 2015. Extraction, Characterization, and Catalytic Potential of Amorphous Silica from Corn Cobs by Sol-Gel Method. *J. Ind. Eng. Chem*, Vol 29. 298-303.
- Vogel. 1985. Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Edisi kelima. Bagian I. PT Kalman Pustaka : Jakarta.
- Wagiyo dan Handayani, A. 1997. Petunjuk penggunaan *Scanning Electron Microscope, SEM dan Energy Disperse Spectrometer, EDS*. Tangerang: BATAN
- Widiyanto A. F., Yuniarno S., Kuswanto. 2015. Polusi Air Tanah Akibat Limbah Industri dan Limbah Rumah Tangga. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 10 (2), 246-254.
- Widowati, S., dan Suarni. 2016. Struktur, Komposisi dan Nutrisi Jagung. Balai Penelitian Tanaman Serealia. <http://balitsereal.litbang.pertanian.go.id/wp-content/uploads/2016/11/tiganol.pdf> [2 Juli 2017]
- World Water Development Report. 2014. <http://www.unwater.org/publications/publications-detail/en/c/204326/> [24 Juni 2017]

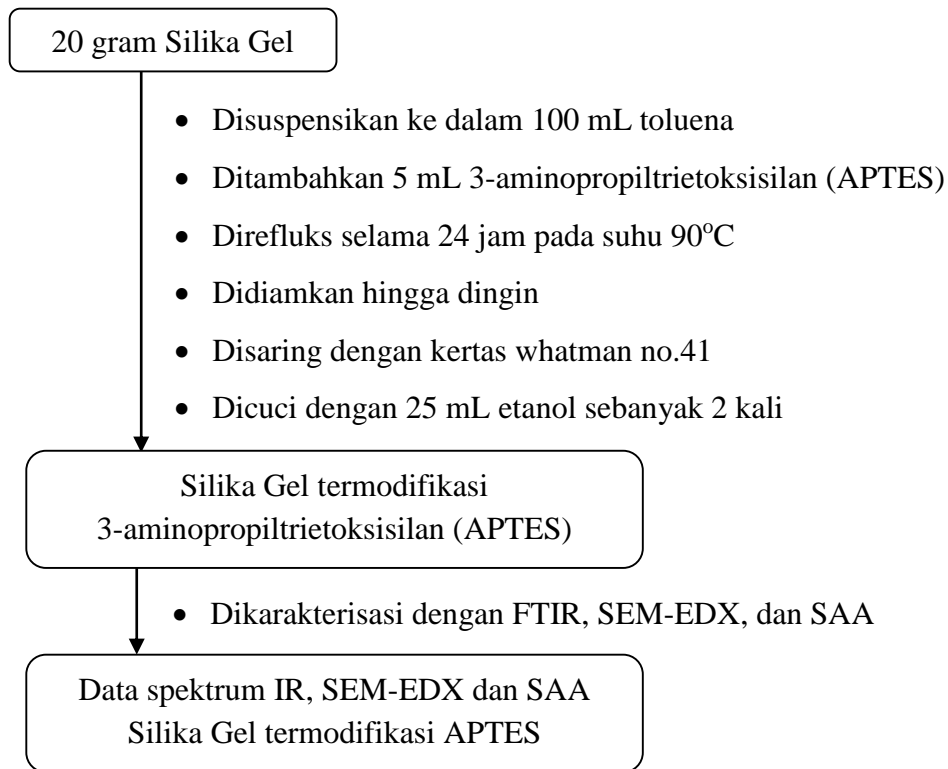
Lampiran 1. Bagan Alir

1. Preparasi Silika Gel dari Bonggol Jagung

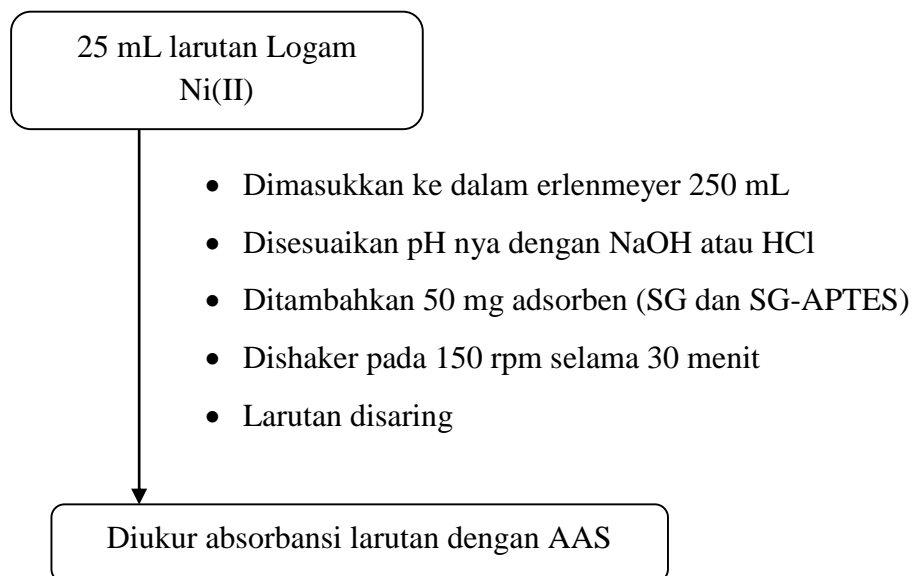




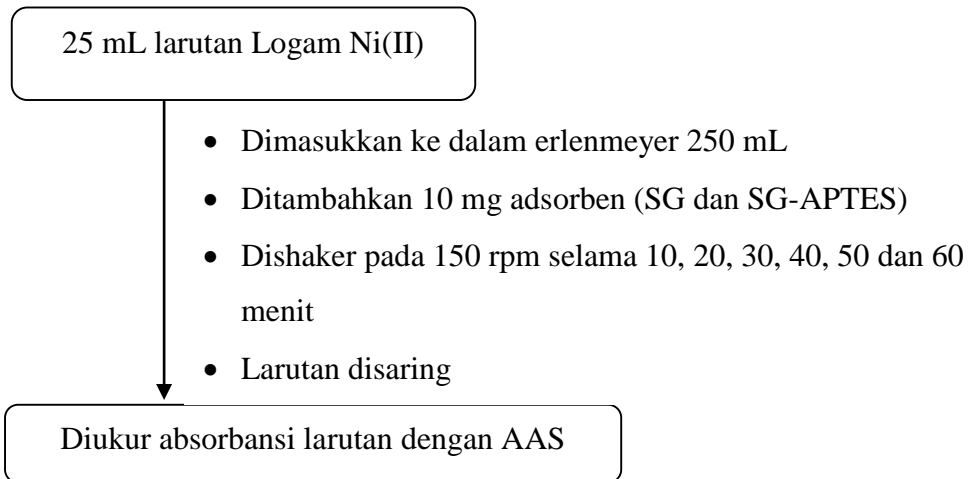
2. Pembuatan Silika Gel Termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES)



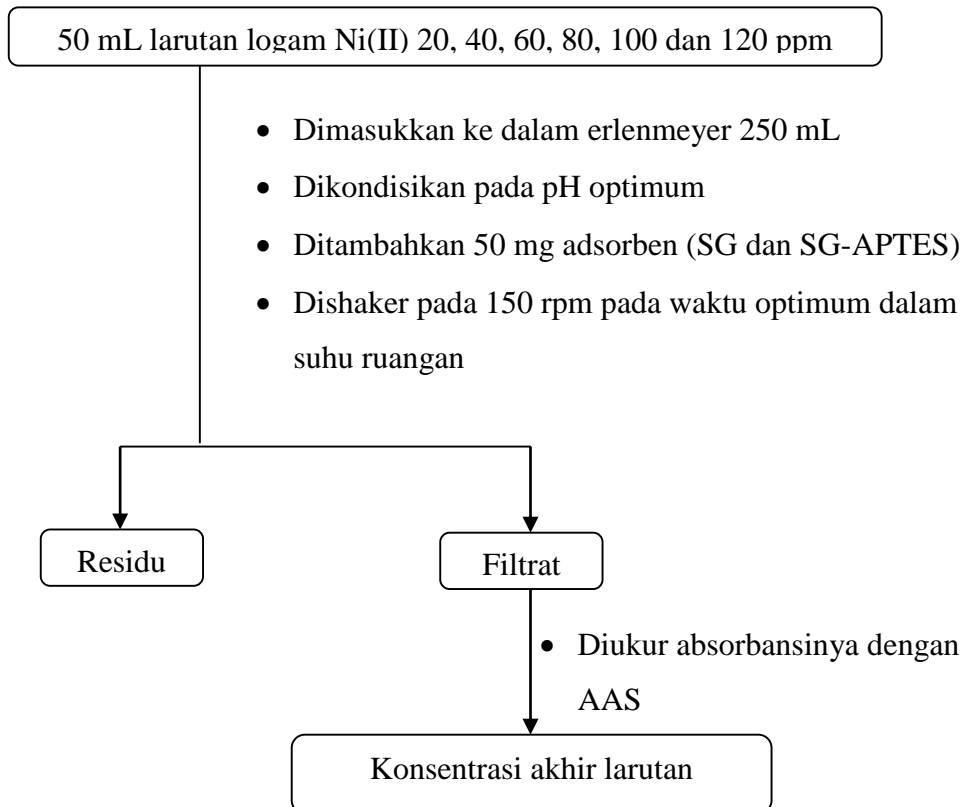
3. Penentuan pH optimum saat uji adsorpsi silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan terhadap logam Ni(II)



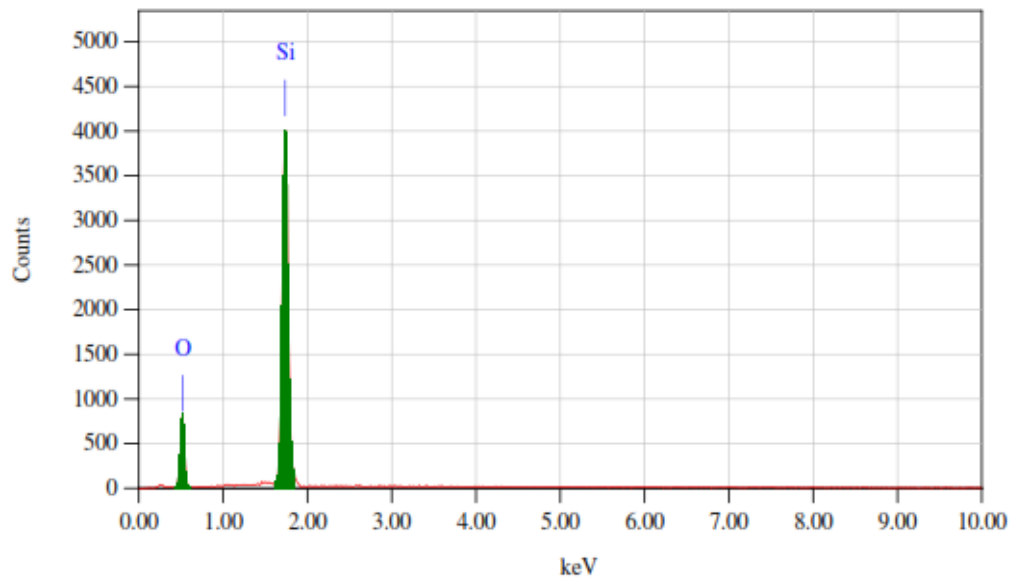
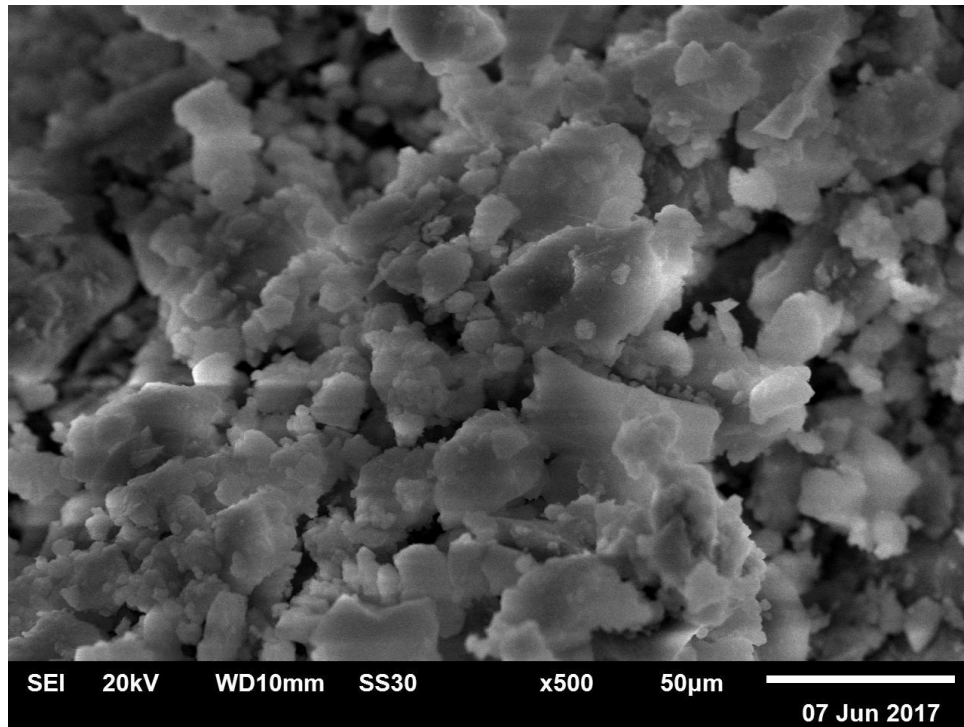
4. Penentuan waktu optimum saat uji adsorpsi silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan terhadap logam Ni(II)



5. Penentuan model isoterm adsorpsi silika gel termodifikasi 3-aminopropiltriethoxysilan terhadap logam Ni(II)



Lampiran 2. Hasil Karakterisasi SEM-EDX Silika Gel Hasil Sintesis dari Bonggol Jagung

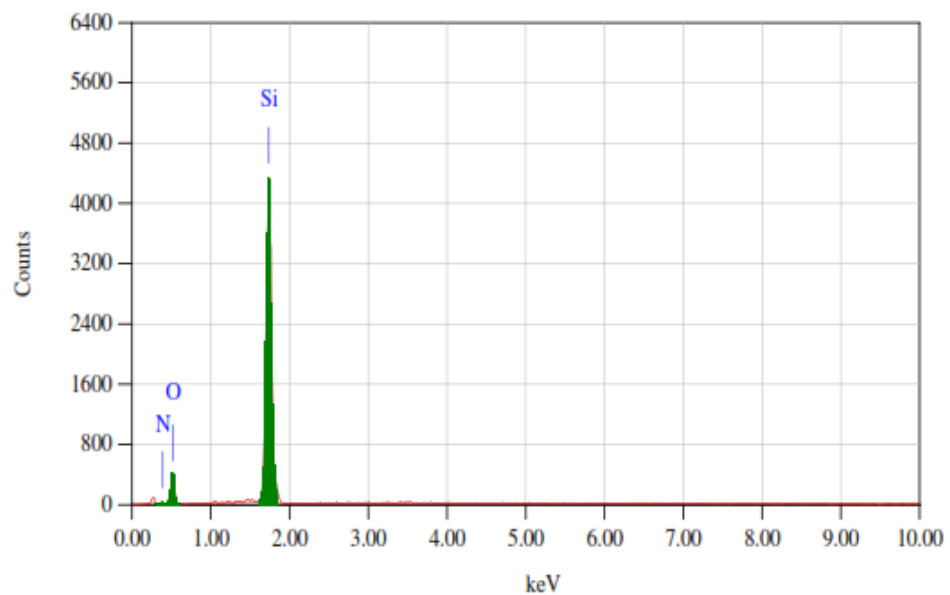
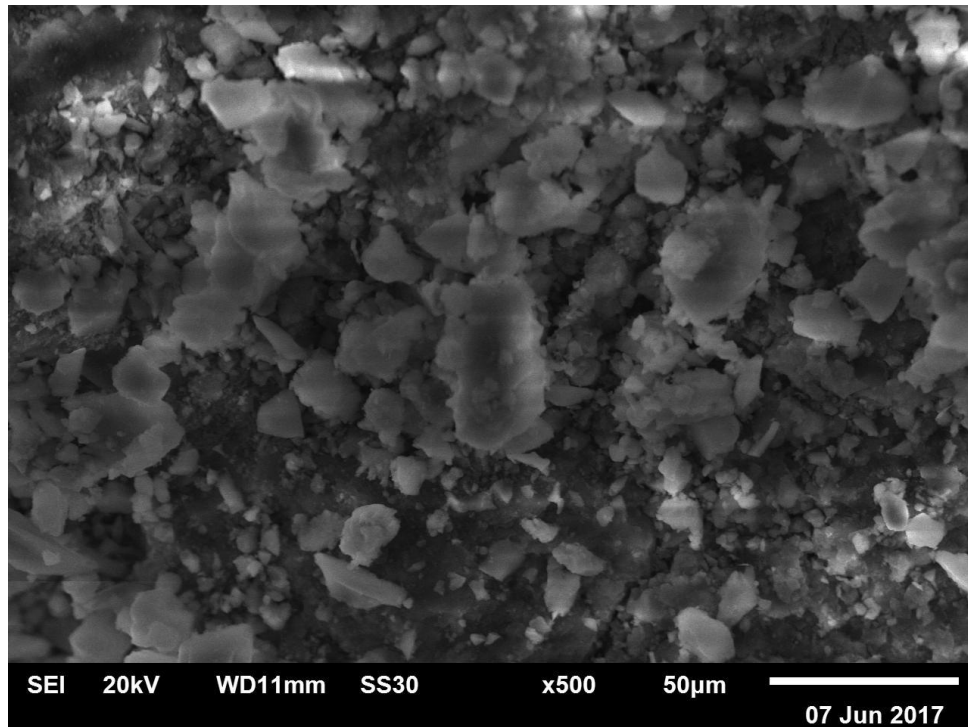


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3334

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	52.71	0.76	66.18				57.3576
Si K	1.739	47.29	0.26	33.82				42.6424
Total		100.00		100.00				

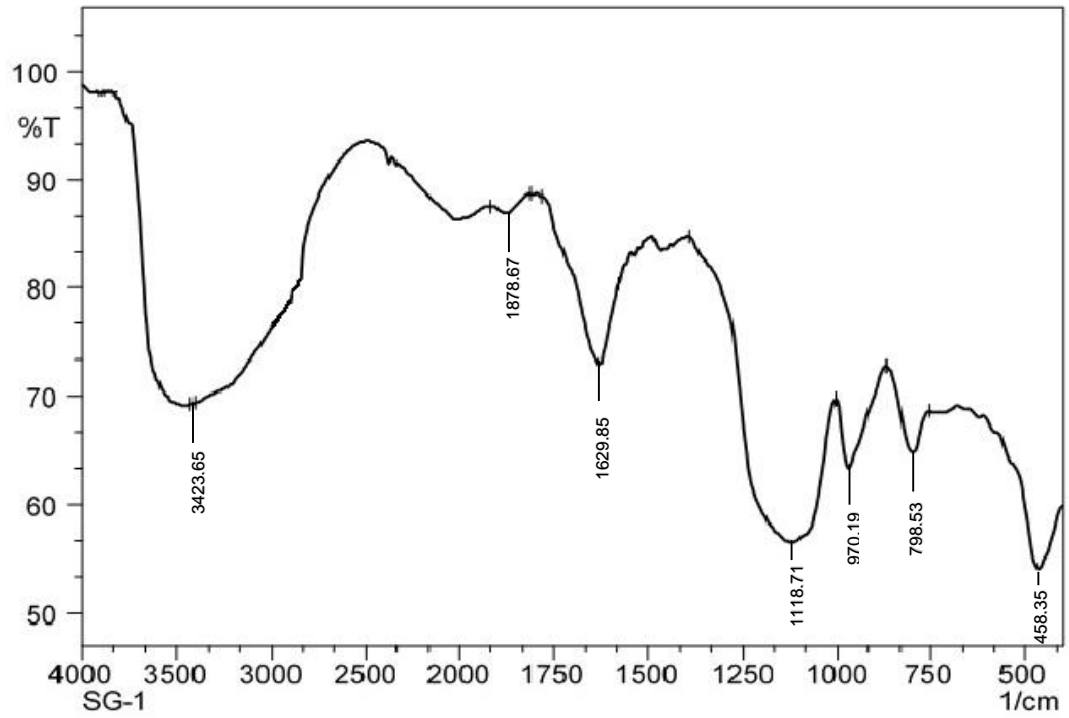
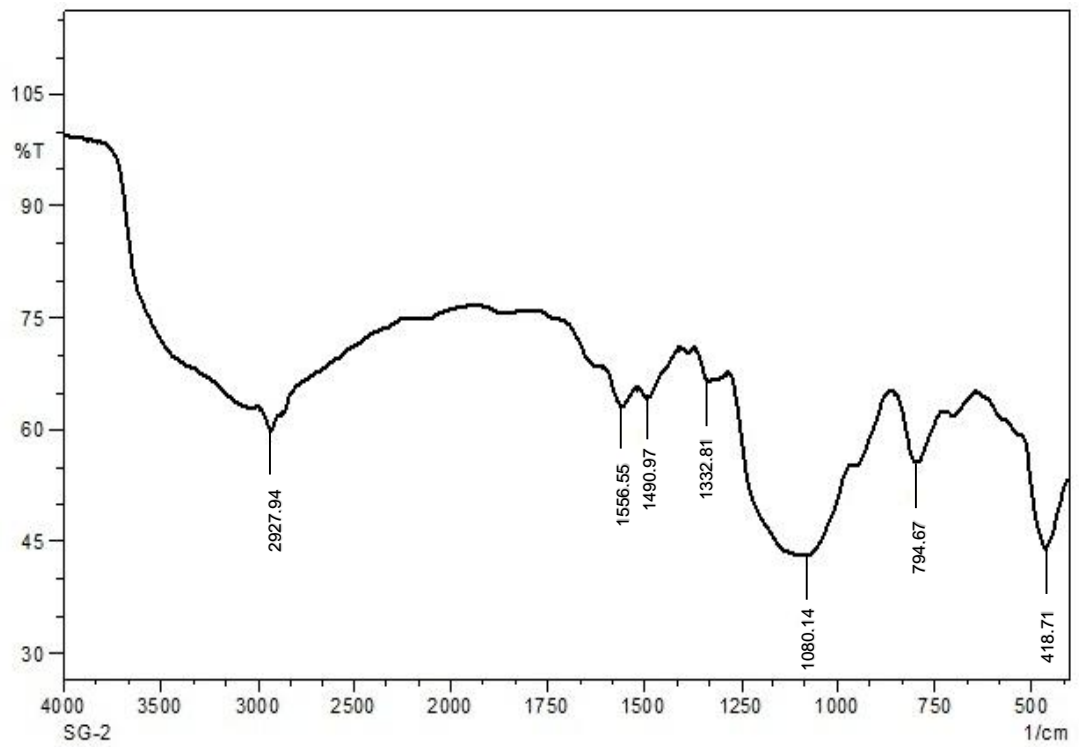
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi SEM-EDX Silika Gel Hasil Modifikasi dengan Gugus 3-aminopropiltriethoxisilan



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3466

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
N K	0.392	13.10	3.13	18.32				16.2053
O K	0.525	40.06	1.16	49.03				33.6559
Si K	1.739	46.83	0.26	32.65				50.1388
Total		100.00		100.00				

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi FTIR SG (a) dan SG-APTES (b)**a)****b)**

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi SAA Silika Gel Hasil Sintesis dari Bonggol Jagung

ASAP 2020 V4.02 (V4.02 E)

Unit 1

Serial #: 2041

Page 1

Sample: Silika Gel
 Operator: Lab kimia
 Submitter: UNJ
 File: C:\2020\DATA\000-250.SMP

Started: 8/2/2017 8:24:37AM	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 8/2/2017 4:08:47PM	Analysis Bath Temp.: -195.811 °C
Report Time: 8/2/2017 4:08:50PM	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.2200 g	Warm Free Space: 27.1068 cm ³ Measured
Cold Free Space: 83.5221 cm ³	Equilibration Interval: 5 s
Ambient Temperature: 22.00 °C	Low Pressure Dose: None
Automatic Degas: Yes	

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at P/Po = 0.269689684: 410.7851 m²/g

BET Surface Area: 423.0871 m²/g

Langmuir Surface Area: 3346.1583 m²/g

t-Plot Micropore Area: 16.6489 m²/g

t-Plot External Surface Area: 406.4382 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 416.132 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 487.8581 m²/g

D-H Adsorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 427.549 m²/g

D-H Desorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 483.9659 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
 less than 1776.6702 nm diameter at P/Po = 0.998925346: 0.691164 cm³/g

t-Plot micropore volume: 0.004199 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 0.656097 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 0.677545 cm³/g

D-H Adsorption cumulative volume of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 0.661849 cm³/g

Pore Size

BJH Adsorption average pore diameter (4V/A): 6.3066 nm

BJH Desorption average pore diameter (4V/A): 5.5553 nm

D-H Adsorption average pore diameter (4V/A): 6.1920 nm

D-H Desorption average pore diameter (4V/A): 5.6461 nm

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi SAA Silika Gel Hasil Modifikasi dengan Gugus 3-aminopropiltriethoxysilan

ASAP 2020 V4.02 (V4.02 E)

Unit 1

Serial #: 2041

Page 1

Sample: SG-APTS
 Operator: Lab Kimia
 Submitter: UNJ
 File: C:\2020\DATA\000-217.SMP

Started: 6/8/2017 3:08:22PM	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 6/9/2017 7:25:49AM	Analysis Bath Temp.: -195.800 °C
Report Time: 6/9/2017 7:26:01AM	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.2700 g	Warm Free Space: 25.5596 cm ³ Measured
Cold Free Space: 80.7791 cm ³	Equilibration Interval: 5 s
Ambient Temperature: 22.00 °C	Low Pressure Dose: None
Automatic Degas: Yes	

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at P/Po = 0.271759407: 298.4617 m²/g

BET Surface Area: 310.3329 m²/g

Langmuir Surface Area: 2953.9398 m²/g

t-Plot Micropore Area: 10.5605 m²/g

t-Plot External Surface Area: 299.7724 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 271.531 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 341.0256 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
 less than 722.7107 nm diameter at P/Po = 0.997351579: 0.709754 cm³/g

t-Plot micropore volume: 0.001323 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
 between 1.7000 nm and 300.0000 nm diameter: 0.663697 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores

Pore Size

Adsorption average pore width (4V/A by BET): 9.14830 nm

BJH Adsorption average pore diameter (4V/A): 9.7771 nm

BJH Desorption average pore diameter (4V/A): 8.0088 nm

Freundlich

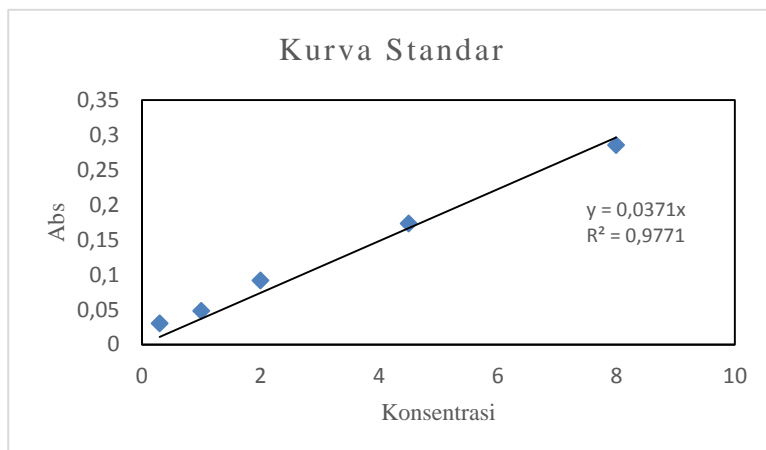
Qm-C: 8.6329 ± 1.6904 cm³/g STP

m: 2.0111 ± 0.3201

Lampiran 7. Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG dengan Variasi pH

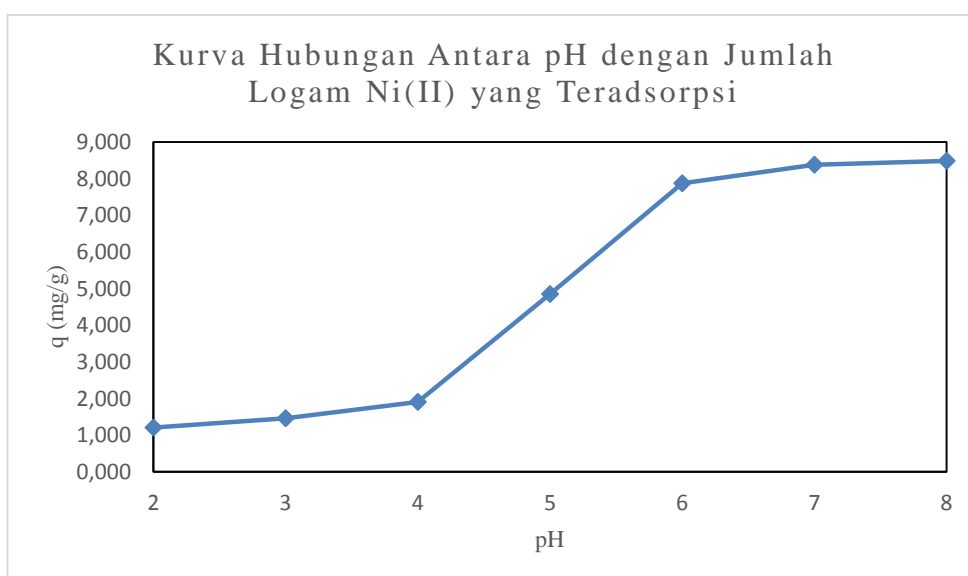
Kurva Standar

Konsentrasi (ppm)	Abs
0,3	0,0309
1	0,0486
2	0,092
4,5	0,1738
8	0,2858



Pengaruh pH terhadap jumlah logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben

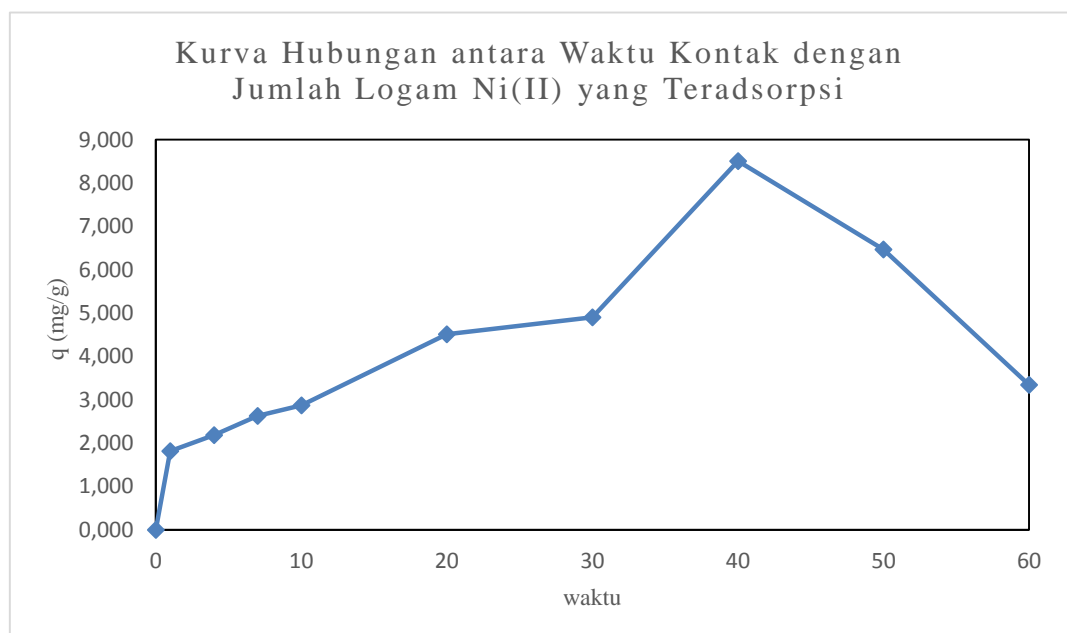
pH	Abs	Ce (mg/L)	Co (mg/L)	Volume (L)	W (g)	q (mg/g)
2	0,3263	8,7951	10	0,05	0,05	1,205
3	0,3167	8,5364	10	0,05	0,05	1,464
4	0,3001	8,0889	10	0,05	0,05	1,911
5	0,1912	5,1536	10	0,05	0,05	4,846
6	0,0789	2,1267	10	0,05	0,05	7,873
7	0,0603	1,6253	10	0,05	0,05	8,375
8	0,0562	1,5148	10	0,05	0,05	8,485



Lampiran 8. Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG dengan Variasi Waktu Kontak

Pengaruh waktu kontak terhadap jumlah logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben

Waktu (menit)	Abs	Ce (mg/L)	Co (mg/L)	Volume (L)	W (g)	q (mg/g)
1	0,3037	8,1860	10	0,05	0,05	1,814
4	0,2901	7,8194	10	0,05	0,05	2,181
7	0,2735	7,3720	10	0,05	0,05	2,628
10	0,2645	7,1294	10	0,05	0,05	2,871
20	0,2036	5,4879	10	0,05	0,05	4,512
30	0,1891	5,0970	10	0,05	0,05	4,903
40	0,0555	1,4960	10	0,05	0,05	8,504
50	0,131	3,5310	10	0,05	0,05	6,469
60	0,2471	6,6604	10	0,05	0,05	3,340

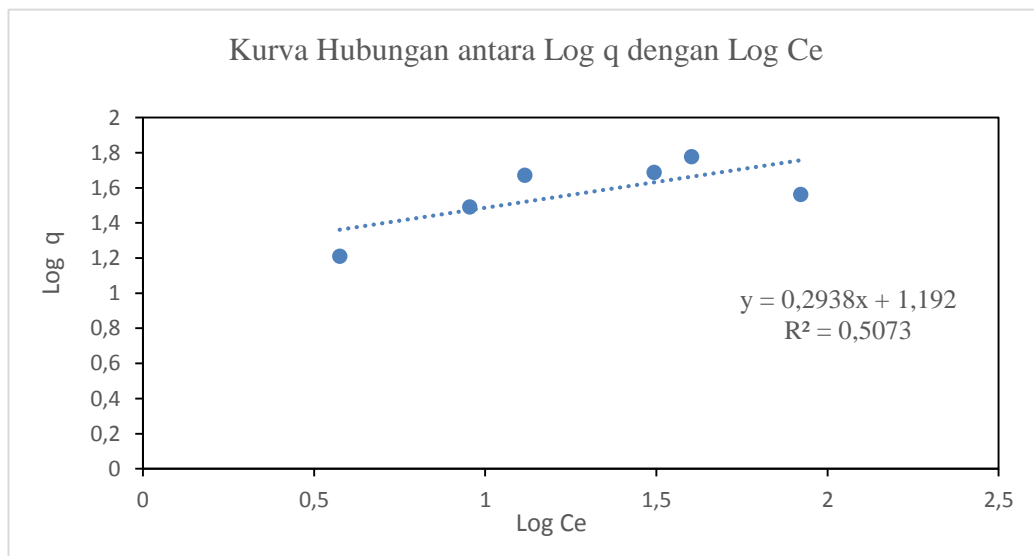


Lampiran 9. Penentuan Model Isoterm Adsorpsi SG

1) Isoterm Adsorpsi Freundlich

Perhitungan Model Isoterm Adsorpsi Freundlich untuk Adsorpsi Logam Ni(II) pada Adsorben SG

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	q (mg/g)	Log Ce	Log q
20	3,7549	16,245	0,574	1,210
40	9,0004	30,999	0,954	1,491
60	13,041	46,959	1,115	1,671
80	31,120	48,879	1,493	1,689
100	40,097	59,903	1,603	1,777
120	83,434	36,566	1,921	1,563



Plot grafik log C_e terhadap log q menghasilkan persamaan:

$$y = 0,2938x + 1,192$$

$$\log K_f = 1,192$$

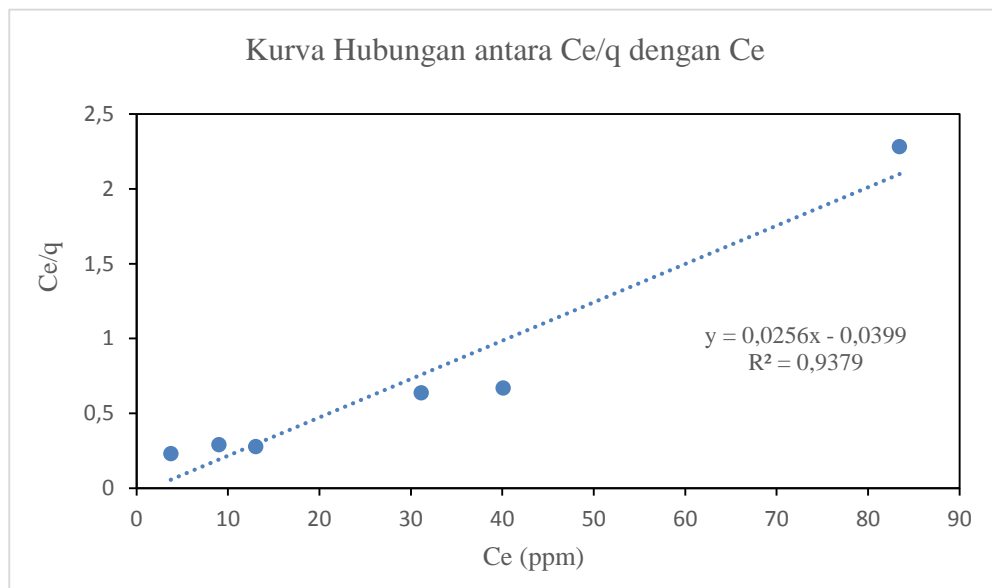
$$K_f = 15,55 \text{ mg/g}$$

$$1/n = 0,2938$$

2) Isoterm Adsorpsi Langmuir

Perhitungan Model Isoterm Adsorpsi Langmuir untuk Adsorpsi Logam Ni(II) pada Adsorben SG

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	q (mg/g)	Ce/q
20	3,7549	16,245	0,231
40	9,0004	30,999	0,290
60	13,041	46,959	0,277
80	31,120	48,879	0,636
100	40,097	59,903	0,669
120	83,434	36,566	2,281



Plot grafik C_e terhadap C_e/q menghasilkan persamaan:

$$y = 0,0256x - 0,0399$$

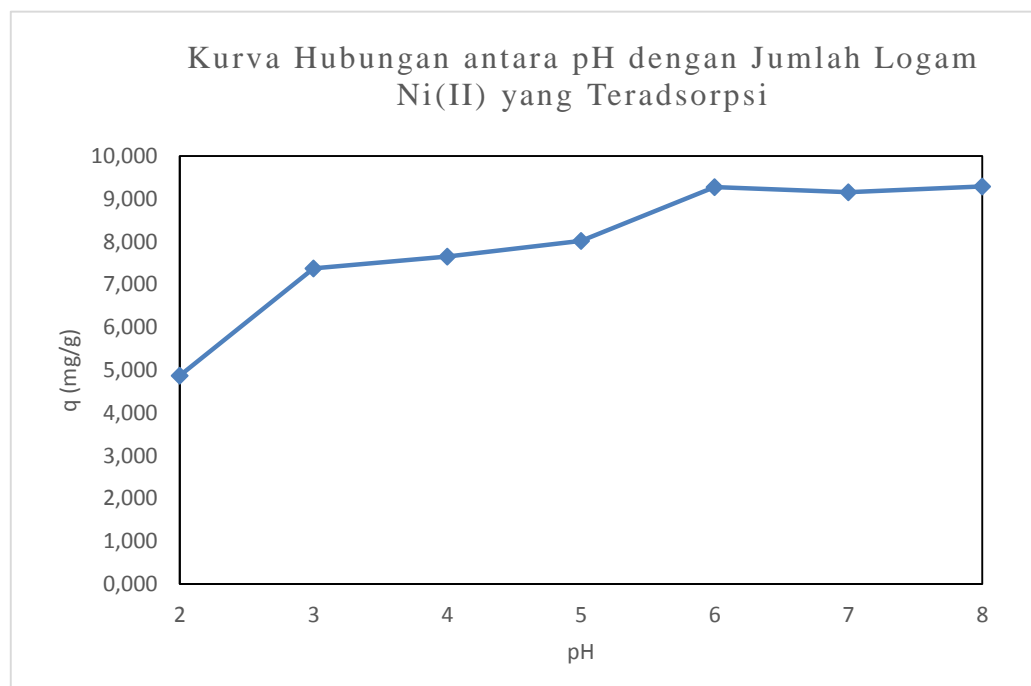
$$q_{\text{maks}} = \frac{1}{0,0256} = 39,06 \text{ mg/g}$$

$$K_L = \frac{1}{39,06 \times 0,0399} = 0,64 \text{ L/mg}$$

Lampiran 10. Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG-APTES dengan Variasi pH

Pengaruh pH terhadap jumlah logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben

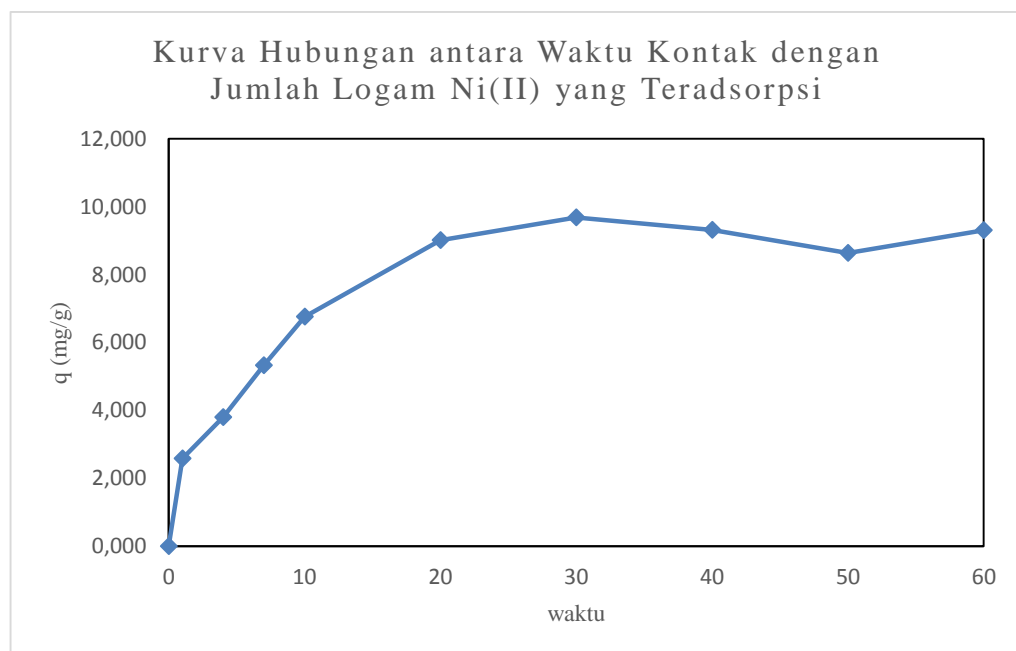
pH	Abs	Ce (mg/L)	Co (mg/L)	Volume (L)	W (g)	q (mg/g)
2	0,1904	5,1321	10	0,05	0,05	4,868
3	0,0973	2,6226	10	0,05	0,05	7,377
4	0,0870	2,3450	10	0,05	0,05	7,655
5	0,0734	1,9784	10	0,05	0,05	8,022
6	0,0269	0,7251	10	0,05	0,05	9,275
7	0,0312	0,8410	10	0,05	0,05	9,159
8	0,0263	0,7089	10	0,05	0,05	9,291



Lampiran 11. Adsorpsi Logam Ni(II) Menggunakan Adsorben SG-APTES dengan Variasi Waktu Kontak

Pengaruh waktu kontak terhadap jumlah logam Ni(II) yang teradsorpsi per gram adsorben

Waktu (menit)	Abs	Ce (mg/L)	Co (mg/L)	Volume (L)	W (g)	q (mg/g)
1	0,2751	7,4151	10	0,05	0,05	2,585
4	0,2301	6,2022	10	0,05	0,05	3,798
7	0,1735	4,6765	10	0,05	0,05	5,323
10	0,1201	3,2372	10	0,05	0,05	6,763
20	0,0368	0,9919	10	0,05	0,05	9,008
30	0,0118	0,3181	10	0,05	0,05	9,682
40	0,0255	0,6873	10	0,05	0,05	9,313
50	0,0508	1,3693	10	0,05	0,05	8,631
60	0,0258	0,6954	10	0,05	0,05	9,305

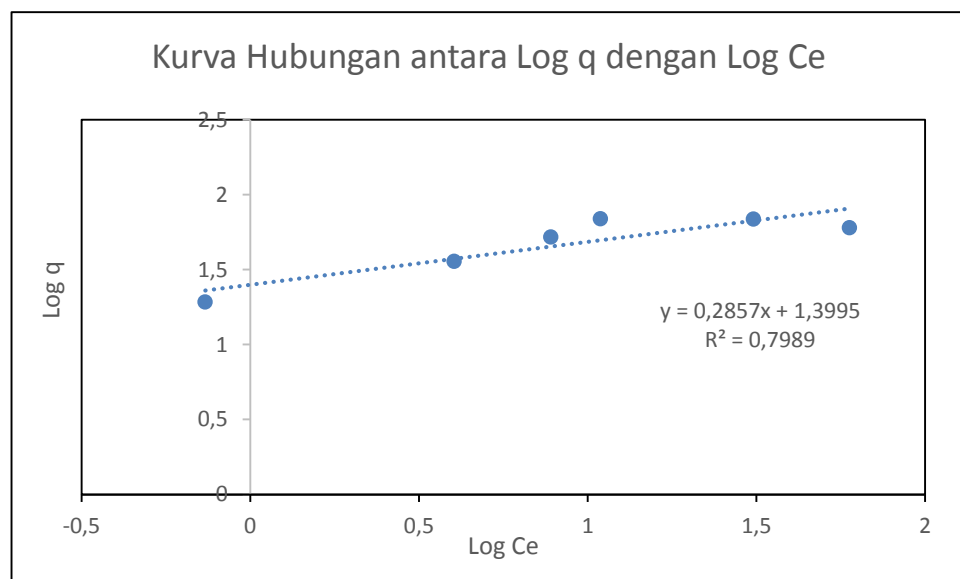


Lampiran 12. Penentuan Model Isoterm Adsorpsi SG-APTES

1) Isoterm Adsorpsi Freundlich

Perhitungan Model Isoterm Adsorpsi Freundlich untuk Adsorpsi Logam Ni(II) pada Adsorben SG-APTES

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	q (mg/g)	Log Ce	Log q
20	0,7358	19,264	-0,133	1,284
40	4,0231	35,976	0,604	1,556
60	7,7900	52,210	0,891	1,717
80	10,924	69,076	1,038	1,839
100	31,040	68,960	1,491	1,838
120	59,693	60,307	1,775	1,780



Plot grafik log C_e terhadap log q menghasilkan persamaan:

$$y = 0,2857x + 1,3995$$

$$\log K_f = 1,3995$$

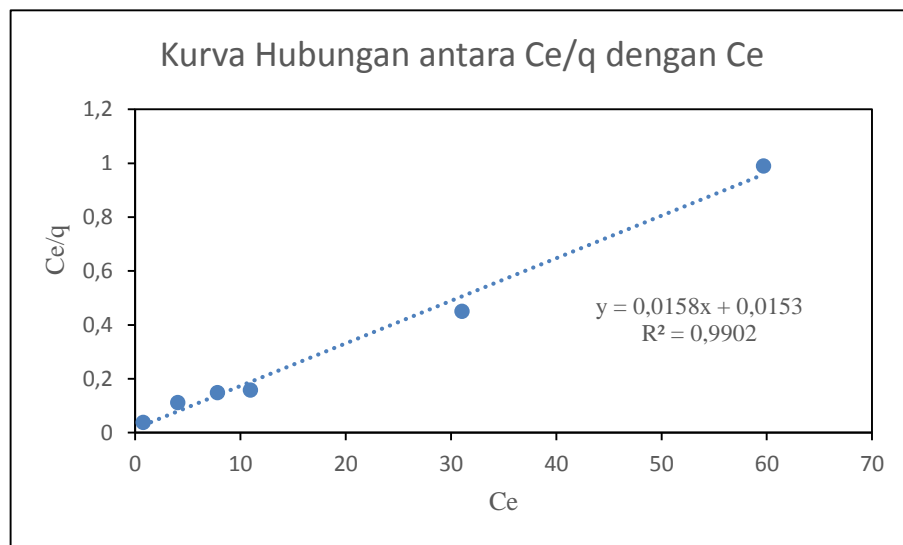
$$K_f = 25,08 \text{ mg/g}$$

$$1/n = 0,2857$$

2) Isoterm Adsorpsi Langmuir

Perhitungan Model Isoterm Adsorpsi Langmuir untuk Adsorpsi Logam Ni(II) pada Adsorben SG-APTES

Co (mg/L)	Ce (mg/L)	q (mg/g)	Ce/q
20	0,7358	19,264	0,038
40	4,0231	35,976	0,111
60	7,7900	52,210	0,149
80	10,924	69,076	0,158
100	31,040	68,960	0,450
120	59,693	60,307	0,989



Plot grafik C_e terhadap C_e/q menghasilkan persamaan:

$$y = 0,0158x + 0,0153$$

$$q_{\text{maks}} = \frac{1}{0,0152} = 63,29 \text{ mg/g}$$

$$K_L = \frac{1}{63,29 \times 0,0153} = 1,03 \text{ L/mg}$$

DAFTAR RIWAYAT HIDUP



NUR HANIFAH. Lahir di Jakarta pada tanggal 30 Agustus 1994. Penulis merupakan anak keempat dari lima bersaudara dari pasangan Bapak Suradi dan Ibu Ning Mujiyati. Pendidikan formal yang pernah ditempuh penulis adalah MIN 1 Ciputat (2000-2004), SDN 012 Petang Cibubur (2004-2006), SMPN 258 Jakarta (2006-2009), SMAN 98 Jakarta (2009-2012), dan Universitas Negeri Jakarta (2012-2017). Pengalaman organisasi penulis adalah pernah menjadi anggota kerohanian muslim mahasiswa BEMJ Kimia periode 2012-2013, anggota Masjid Ulul Albaab FMIPA UNJ periode 2013-2015, dan anggota Lembaga Dakwah Kampus Sahabat Muslim UNJ (LDK Salim UNJ) periode 2015-2016. Selain itu, penulis pernah mengikuti pelatihan dasar kepemimpinan BEMJ Kimia pada tahun 2012, pelatihan dasar kepemimpinan BEMF MIPA tahun 2013. Penulis juga pernah melakukan kunjungan industri ke beberapa industri, seperti PT Niramas Utama (INACO)-Tambun Bekasi, PT Coca Cola Amatil Indonesia-Cibitung Bekasi, PT Sari Roti-Tambun Bekasi dan Sentra Teknologi Polimer BPPT-Tangerang. Penulis juga pernah melakukan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Cinangka, Banten selama 1 bulan. Saat kuliah penulis pernah menjadi asisten dosen Praktikum Kimia Pemisahan dan Praktikum Metabolisme Biomolekul selama 1 tahun.