



DOSEN MUDA

LAPORAN KEGIATAN

**ADSORPSI ION LOGAM BERAT Cd(II) PADA SILIKA GEL
TERENKAPSULASI 3-MERKAPTOPROPILTRIMETOKSISILAN**

Oleh:

**Choiril Azmiyawati, S.Si, M.Si
Dra. Sriyanti, M.Si
Dra. Taslimah, M.Si**

Dibiayai Oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional, sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Pekerjaan Penelitian Nomor: 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005 tanggal 11 April 2005


**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO SEMARANG
NOVEMBER, 2005**

UPT-PUSTAK-UNDIP

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR
HASIL PENELITIAN DOSEN MUDA**

1. a. Judul Penelitian : **Adsorpsi Ion Logam Berat Cd(II) pada Silika Gel Terenkapsulasi 3-Merkaptopropiltrimetoksisilan**
b. Kategori Penelitian : II
2. Ketua Peneliti
a. Nama Lengkap & Gelar : **Choiril Azmiyawati, S.Si, M.Si**
b. Jenis Kelamin : **Wanita**
c. Golongan Pangkat dan NIP : **IIIa/Penata Muda /132205522**
d. Jabatan Fungsional : **Asisten Ahli**
e. Fakultas/Jurusan : **MIPA/Kimia**
f. Universitas : **Universitas Diponegoro Semarang**
g. Bidang Ilmu yang Diteliti : **MIPA**
3. Jumlah Tim Peneliti : **3(tiga) orang**
a. Nama Anggota Peneliti I : **Dra. Sriyanti, M.Si**
b. nama Anggota Peneliti II : **Dra. Taslimah, M.Si**
4. Lokasi Penelitian : **Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro Semarang**
6. Kerjasama dengan Institusi Lain : **-**
7. Jangka Waktu Penelitian : **8 bulan**
8. Biaya yang diperlukan : **Rp.6.000.000,-**
(Enam juta rupiah)

Mengetahui
Dekan
Fakultas MIPA
Universitas Diponegoro


Dr. Wahyu Setia Budi, MS
NIP. 131 459 438

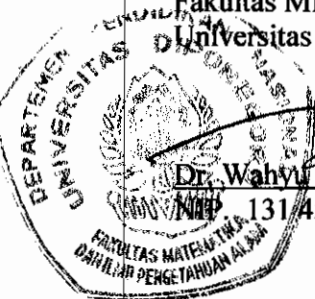
Semarang, 17 November 2005
Ketua Peneliti,



Choiril Azmiyawati, S.Si, M.Si
NIP. 132 205 522

Menyetujui,
Ketua Lembaga Penelitian
Universitas Diponegoro

Prof. Dr. G. W. Riwanto, Sp.Bd
NIP. 170 529 454



RINGKASAN

ADSORPSI ION LOGAM BERAT Cd(II) PADA SILIKA GEL TERENKAPSULASI 3-MERKAPTOPROPILTRIMETOKSISILAN

Oleh : Choiril Azmiyawati, Sriyanti and Taslimah
2005, 35 halaman

Kadmium(II) adalah salah satu logam berat yang berpotensi menjadi polutan dalam lingkungan perairan, sehingga perlu diupayakan untuk menurunkan konsentrasinya. Penurunan konsentrasi logam berat dapat dilakukan melalui adsorpsi menggunakan material alam maupun sintetis. Silika gel merupakan salah satu material sintetis yang banyak digunakan sebagai adsorben, tetapi situs aktifnya hanya mempunyai gugus silanol dan siloksan sehingga perlu dilakukan modifikasi pada permukaannya untuk meningkatkan aktivitasnya.

Silika termodifikasi gugus tiol dari 3-merkaptopropiltrimetoksisilan telah dibuat melalui metode sol-gel. Sintesis dilakukan dengan menambahkan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan dilanjutkan dengan larutan asam klorida ke dalam larutan natrium silikat. Larutan natrium silikat dihasilkan dari ekstraksi abu sekam padi dengan larutan natrium hidroksida mendidih. Model isoterm adsorpsi Langmuir digunakan untuk memperkirakan kapasitas dan energi adsorpsi kadmium(II). Model kinetika adsorpsi Langmuir-Hinshelwood digunakan untuk mengestimasi laju adsorpsi. Dilakukan pula adsorpsi pada berbagai pH untuk mendapatkan kondisi yang sesuai untuk adsorpsi selektif ion logam yang dipelajari.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa Cd(II) teradsorpsi lebih cepat dan lebih tinggi pada silika termodifikasi gugus tiol (SG-MPTS) dibandingkan pada silika tanpa modifikasi dengan konstanta laju adsorpsi dan kapasitas adsorpsi berturut-turut ($k_1 = 0.0214 \text{ menit}^{-1}$ and $k_1 = 0,0161 \text{ menit}^{-1}$) dan ($b: 0.0208 \text{ mol/g}$ and $b = 0,0156 \text{ mol/g}$) . Untuk kedua adsorben, adsorpsi Cd(II) paling efektif pada $3 < \text{pH} < 8$.

SUMMARY

ADSORPTION OF HEAVY METAL Cd(II) ON SILICA GEL ENCAPSULATED BY 3-MERCAPTOPROPYLTRIMETHOXYSILANE

By: Choiril Azmiyawati, Sriyanti and Taslimah
2005, 35 pages

Cadmium(II) is one of heavy metal that be a pollutant in aquatic environment, so must be decrease/deconcentration. Adsorption by natural material or synthetic most were used. Silica gel is one of material was used as adsorbent, but its aktif sites only have silanol and siloxan groups, so modified must be done to their surface to increase its activity.

Silica gel modified by thiol group from 3-mercaptopropyltrimethoxysilane have been prepared through sol-gel metode. Preparation of silica gel modified by thiol group was carried out by adding 3-mercaptopropyltrimethoxysilane and hydrochloride acid solution to the sodium silicate solution resulted from extraction of rice hull ash with boiled sodium hydroxide solution. Adsorption isotherm model proposed by Langmuir was utilized in estimating adsorption capacity and the energy involved in the metal ion adsorption and Langmuir-Hinshelwood model was utilized in estimating adsorption kinetics. In this work, a series of adsorption experiment was performed at many different pH values, in order to obtain an appropriate condition for selective adsorption of the metal ion investigated.

The result showed that the cadmium(II) was adsorbed faster and higher on silica modified by thiol (SG-MPTS) than on silica unmodified with adsorption rate ($k_1 = 0.0214 \text{ menit}^{-1}$ and $k_1 = 0,0161 \text{ menit}^{-1}$) and adsorption capacity ($b: 0.0208 \text{ mol/g}$ and $b = 0,0156 \text{ mol/g}$) respectively. For both adsorbent, Cd(II) was adsorbed efectively on $3 < \text{pH} < 8$.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah yang maha Pengasih dan Penyayang, yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian ini. Laporan penelitian ini disusun berdasarkan penelitian yang dibiayai oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional, melalui Program Penelitian Dosen Muda dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Pekerjaan Penelitian Nomor: 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005 tanggal 11 April 2005.

Selesainya penelitian dan penyusunan laporan dengan judul **Adsorpsi Ion Logam Berat Cd(II) pada Silika Gel Terenkapsulasi 3-Merkaptopropiltrimetoksisilan** ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan kali ini penulis ucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional yang telah menyediakan biaya melalui prigram Penelitian Dosen Muda.
2. Rektor Universitas Diponegoro
3. Dekan Fakultas MIPA Universitas Diponegoro
4. Ketua Lembaga Penelitian Universitas Diponegoro.
5. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro.
6. Kepala Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Diponegoro.
7. Bp. Drs. Gunawan, M.Si atas bantuannya dalam pengukuran dengan AAS
8. Staf Laboratorium Kimia Organik UGM atas bantuannya dalam pengukuran FTIR Spektroskopi
9. Bp. Dr. Nuryono,MS atas makalah-makalah yang diberikan.
10. Staf Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Diponegoro
11. Semua pihak yang telah membantu dalam penelitian maupun penyusunan laporan yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu.

Semoga Allah membalas dengan kasih sayang dan rahmat-Nya.

Dengan segala keterbatasannya, laporan penelitian ini diharap ikut memberikan sumbangan bagi kemajuan ilmu pengetahuan. Amin.

Semarang, November 2005

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN.....	ii
RINGKASAN DAN <i>SUMMARY</i>	iii
PRAKATA.....	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
I. PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang Masalah.....	1
I.2 Perumusan Masalah.....	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Logam Berat dan Adsorpsi.....	4
II.2 Hibridisasi antara Bahan Berbasis Silika dengan Senyawa Organik.....	5
II.3 Kinetika Adsorpsi.....	7
II.4 Kapasitas dan Energi Adsorpsi: Isoterm Adsorpsi Langmuir.....	11
III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	
III.1 Tujuan Penelitian.....	13
III.2 Manfaat Penelitian.....	14
IV. METODE PENELITIAN	
IV.1 Bahan Penelitian.....	14
IV.2 Peralatan Penelitian.....	14
IV.3 Jalan Penelitian.....	15
V. HASIL DAN PEMBAHASAN	
V.1 Karakteristik Adsorben Silika Gel dan Silika gel terenkapsulasi Gugus -SH dari 3-Merkaptopropiltrimetoksisilan (SG-MPTS).....	18
V.2 Karakteristik Adsorpsi Kadmium(II) pada Adsorben Silika Gel (SG) dan silika gel terenkapsulasi 3-merkaptopropiltri- metoksisilan (SG-MPTS).....	25
VI. KESIMPULAN DAN SARAN	
VI.1 Kesimpulan.....	31
VI.2 Saran.....	31
DAFTAR PUSTAKA.....	33
LAMPIRAN.....	36

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel V.1 Interpretasi spektra infra merah dari abu sekam padi, silika kiesel Gel 60 dan silika gel hasil sintesis.....	21
Tabel V.2 Konstanta laju adsorpsi k_1 untuk adsorpsi kadmium(II) pada adsorben SG dan SG MPTS menurut model kinetika adsorpsi Langmuir-Hinshelwood.....	26
Tabel V.3 Harga-harga parameter laju adsorpsi menurut pendekatan dua proses.....	27
Tabel V.4 Kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi Cd(II) pada adsorben SG-MPTS dan SG.....	29

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 5.1 Spektra infra merah dari A) abu sekam padi, B) Silika Kiesel Gel 60 dan C) Silika Gel hasil sintesis.....	20
Gambar 5.2 Spektra inframerah dari: A) Silika gel standar; B) Silika gel dari abu sekam padi dan C) silika gel-MPTS.....	23
Gambar 5.3 Defraktogram dari A) abu sekam padi, B) Silika Kiesel Gel 60 dari Merck, C) Silika Gel dari abu sekam padi, D) silika gel-MPTMS.....	24
Gambar 5.4 Persentase Cd(II) yang teradsorpsi pada berbagai waktu interaksi....	26
Gambar 5.5 Kurva Isoterm adsorpsi Cd(II) pada adsorben silika gel dan silikagel-MPTS.....	28
Gambar 5.6 Adsorpsi Cd(II) pada berbagai pH.....	30

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

A. Model kinetika langmuir-Hinshelwood untuk adsorpsi Cd(II) pada silika gel.....	36
B. Model kinetika Langmuir-Hinshelwood untuk adsorpsi Cd(II) pada silika gel-MPTS.....	37
C. Perhitungan konstanta laju adsorpsi tahap cepat (k_c) Model Nuryono dkk. (2003) untuk adsorpsi Cd(II) pada Silika Gel.....	38
D. Perhitungan konstanta laju adsorpsi tahap cepat (k_c) Model Nuryono dkk. (2003) untuk adsorpsi Cd(II) pada Silika Gel-MPTS.....	39
E. Perhitungan konstanta laju adsorpsi tahap lambat (k_1), konstanta desorpsi tahap lambat (k'_1), konstanta kesetimbangan adsorpsi-desorpsi (K) menurut model Nuryono dkk.(2003) dan energi bebas Gibbs pada keadaan standar adsorpsi-desorpsi Cd(II) pada Silika Gel.....	40
F. Perhitungan konstanta laju adsorpsi tahap lambat (k_1), konstanta desorpsi tahap lambat (k'_1), konstanta kesetimbangan adsorpsi-desorpsi (K) menurut model Nuryono dkk.(2003) dan energi bebas Gibbs pada keadaan standar adsorpsi-desorpsi Cd(II) pada Silika Gel-MPTS.....	41
G. Kurva Regresi Linear untuk Isoterm Adsorpsi Langmuir Cd(II) pada Silika Gel...	42
H. Kurva Regresi Linear untuk Isoterm Adsorpsi Langmuir Cd(II) pada Silika Gel-MPTS.....	43
I. Personalia Penelitian.....	44

I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang masalah

Logam terlarut dapat menjadi polutan yang mempunyai efek toksik pada organisme hidup apabila bereaksi dengan molekul yang memiliki aktivitas biologi, seperti misalnya berbagai jenis enzim terutama metaloenzim dalam tubuh makhluk hidup. Logam-logam terutama logam berat yang berpotensi mencemari lingkungan di antaranya adalah perak(Ag), merkuri(Hg), krom(Cr), kadmium(Cd), besi(Fe), timbal(Pb), timah(Sn) dan lain-lain (Freedman, 1995).

Keracunan kadmium(Cd) yang pernah dilaporkan terjadi pada masyarakat di lembah sungai Jintsu, Jepang, yang dikenal dengan 'itay-itay', di mana penderita mengalami gangguan tulang dan gagal fungsi ginjal; dan ternyata di hulu sungai Jintsu terdapat tambang yang memproduksi kadmium, sementara aliran sungai ini digunakan untuk mengairi sawah-sawah di sekitar lembah.

Berbagai usaha telah dilakukan untuk menurunkan konsentrasi logam terlarut, terutama logam-logam berat dalam lingkungan perairan. Salah satu metode yang berkembang pesat adalah adsorpsi, karena selain mudah dilakukan, juga efektivitasnya cukup tinggi dan biaya yang diperlukan cukup rendah. Adsorben yang paling umum dipakai adalah karbon aktif, alumina, silika gel dan zeolit (Oscik, 1982).

Penggunaan bahan-bahan anorganik seperti tersebut di atas relatif lebih menguntungkan dibanding bahan organik karena kestabilan yang tinggi terhadap mekanik, temperatur dan pada berbagai kondisi keasaman. Di antara bahan anorganik di atas, silika gel merupakan bahan yang banyak digunakan. Bahan tersebut memiliki kelebihan dalam hal kestabilan kimia terhadap sifat asam atau basa, jika dibandingkan dengan bahan lain seperti zeolit. Silika gel merupakan padatan anorganik yang sangat inert, hidrofilik dan biaya sintesisnya relatif murah. Di samping itu, bahan tersebut

mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang cukup tinggi, relatif tidak mengembang dalam pelarut organik, sehingga banyak digunakan sebagai padatan pendukung (host matrix) untuk adsorben, katalis, penukar ion dan lain-lain. Kelemahan penggunaan silika gel adalah rendahnya efektivitas dan selektivitas permukaan dalam berinteraksi dengan ion logam berat sehingga silika gel tidak mampu berfungsi sebagai adsorben yang efektif untuk ion logam berat. Hal ini terjadi karena situs aktif yang ada hanya berupa gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si).

Peningkatan efektivitas dan selektivitas permukaan padatan dapat dilakukan dengan menggabungkan (menghibridisasikan) dua bahan, yaitu bahan anorganik stabil dengan bahan organik yang mengandung gugus aktif. Teknik penggabungan dua bahan ini dapat dilakukan dengan berbagai cara. Penggabungan secara fisik antara 2-mercaptobenzotiazol pada padatan pendukung zeolit alam telah dilakukan oleh Sriyanti dkk (2001) dan digunakan sebagai adsorben selektif untuk ion Cd(II) dalam campuran Cd(II) - Fe(III); dan bahan organik yang sama juga telah dihibridisasikan secara fisik pada tanah diatome dan digunakan untuk adsorpsi ion Cd(II) (Sriyanti, dkk, 2003). Dari penelitian tersebut disimpulkan bahwa penggabungan dua bahan secara fisik interaksinya tidak terlalu kuat dan tidak stabil dalam waktu yang lama, sehingga kurang memungkinkan untuk digunakan kembali (tidak reproduisibel). Metode hibridisasi lain yang banyak dilakukan adalah enkapsulasi. Bhatia dkk (2000) telah mengenkapsulasi protein dalam silika gel, sedangkan Cestari dkk (2000) juga telah melakukan enkapsulasi ligan organik pada proses sol-gel untuk adsorpsi kation divalen. Enkapsulasi senyawa kompleks tembaga (II)-asam amino pada zeolit juga telah dilakukan oleh Weckhuysen dkk (1996), sedangkan Fujiwara dkk (2002) mengimobilisasikan kompleks kubus μ - Okso Si-Ti pada silika melalui metode sol-gel. Sintesis silika gel terenkapsulasi enzim dari abu sekam padi, dan hasilnya digunakan

sebagai biosensor juga telah dilakukan oleh Nuryono dkk, (2003). Teknik enkapsulasi dilakukan dengan mereaksikan senyawa aktif pada saat terjadi proses pembentukan padatan pendukung (melalui proses sol-gel). Proses ini lebih sederhana dan cepat karena reaksi pengikatan berlangsung bersamaan dengan proses terjadinya padatan.

Ion Kadmium(II) merupakan asam lunak, sehingga lebih suka berinteraksi dengan basa lunak; dengan demikian bahan organik yang akan dihibridisasikan harus mempunyai gugus fungsional yang bersifat sebagai basa lunak. Salah satunya adalah gugus $-SH$ (tiol). Dipilih 3-merkaptopropiltrimetoksisilan karena selain mempunyai gugus aktif $-SH$, juga mempunyai gugus alkoksisilan sehingga mendukung proses enkapsulasi.

I.2 Perumusan Masalah

Ion logam kadmium(II) merupakan ion logam berat yang berpotensi sebagai polutan bagi lingkungan perairan sehingga perlu diupayakan untuk menurunkan / mengurangi kadarnya. Menurut Pearson (Shriver, 1990), ion $Cd(II)$ adalah asam lunak sehingga lebih suka berinteraksi dengan basa lunak. Adsorpsi dengan berbagai padatan baik alam maupun sintetik merupakan metode sederhana yang sering digunakan. Silika gel merupakan padatan anorganik yang banyak digunakan karena mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang cukup tinggi dan relatif tidak mengembang dalam pelarut organik; akan tetapi gugus fungsional yang dimiliki (silanol $-Si-OH$ dan siloksan $Si-O-Si$) tidak cukup efektif untuk berinteraksi dengan ion logam $Cd(II)$. Untuk meningkatkan efektivitas dan selektivitasnya perlu ditambahkan senyawa dengan gugus aktif yang bersifat basa lunak yaitu $-SH$ (tiol) melalui teknik enkapsulasi. Pada proses enkapsulasi penambahan bahan aktif dilakukan pada saat pembentukan padatan maka digunakan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan, yang selain mempunyai gugus aktif $-SH$ juga mempunyai gugus alkoksisilan yang mendukung proses enkapsulasi.