

Sintesis Komposit Silika Gel dari Sekam Padi – 3-Aminopropiltriethoxysilan (APTES) dengan Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa dan Uji Adsorpsi Terhadap Logam Cd (II)

Ratih Noviasari, Yusmaniar, Arif Rahman

Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Rawamangun 13220, Jakarta, Indonesia

Corresponding author: yusmaniar@unj.ac.id

Abstrak

Pada penelitian ini dibuat adsorben komposit silika gel dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif. Silika gel berasal dari sekam padi dan karbon aktif berasal dari tempurung kelapa. Abu sekam padi ini diproses menjadi larutan natrium silikat hingga menghasilkan produk silika gel. Silika gel kemudian dicampurkan dengan reagen 3-aminopropiltriethoxysilan (APTES) dan karbon aktif yang telah diaktifasi sebelumnya dengan larutan $ZnCl_2$ dan diproses menjadi komposit. Karakterisasi komposit hasil sintesis menggunakan spektroskopi FTIR menunjukkan serapan ikatan N-H, silanol (Si-OH), siloksana (Si-O-Si), dan ikatan C-H. Kandungan dari komposit silika gel dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif ditunjukkan melalui hasil analisis EDX bahwa komposit hasil sintesis memiliki persentase massa masing-masing atom 32.92% karbon, 25.88% nitrogen, 26.04% oksigen, dan 15.16% silika. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH optimum yang diperlukan untuk adsorpsi ion Cd(II) dengan komposit silika gel dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif yaitu 5.0 dan waktu kontak optimum 30 menit. Adsorpsi ion Cd(II) oleh komposit silika gel dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif mengikuti isoterm adsorpsi Freundlich. Oleh karena itu, adsorpsi terjadi membentuk lapisan monolayer yang bersifat heterogen.

Kata kunci: Abu sekam padi, adsorpsi, APTES, karbon aktif, komposit, silika gel

Abstract

In this research, silica gel composite modified adsorbents were made with APTES and activated carbon. Silica gel comes from rice husk and activated carbon comes from coconut shell. This rice husk ash is processed in such a way as a sodium silicate solution to produce a silica gel product. The silica gel was then mixed with 3-aminopropyltriethoxysilane reagent (APTES) and activated carbon previously with $ZnCl_2$ solution and processed into composite. Characterization of composite synthesis using FTIR spectroscopy shows uptake of N-H, silanol (Si-OH), siloxane (Si-O-Si), and C-H bonds. The content of the silica gel composite modified by APTES and activated carbon is indicated through EDX analysis results that the composite of the synthesis has a mass percentage of each atom of 32.92% carbon, 25.88% nitrogen, 26.04% oxygen, and 15.16% silica. The results showed that the optimum pH required for the adsorption of Cd (II) ions with silica gel composite was modified with APTES and the activated carbon was 5.0 and the optimum contact time was 30 minutes. Adsorption of Cd (II) ions by silica gel composites was modified by APTES and activated carbon followed Freundlich adsorption isotherm. Therefore, adsorption occurs forming a heterogeneous monolayer layer.

Keywords: activated carbon, adsorption, APTES, composite, rice husk ash, silica gel

1. Pendahuluan

Pencemaran logam berat merupakan salah satu masalah lingkungan yang serius. Kontaminasi logam berat dapat menimbulkan risiko utama masalah kesehatan dan lingkungan akibat dari perkembangan ekonomi dan industri yang cukup pesat. Secara umum, logam dibagi menjadi dua bagian, yaitu logam esensial dan non-esensial. Secara kimia, logam dipelajari dari sifat – sifat logam dari sudut susunan kimiawinya, sifat ketahanan terhadap korosi, kemampuan terhadap proses pengelasan dan *heat treatment process* [1].

Berbagai macam teknologi telah dikembangkan untuk menyisahkan logam berat dari air limbah. Teknik konvensional yang biasanya digunakan adalah proses fisik-kimiawi, seperti presipitasi, oksidasi, reduksi, ekstraksi pelarut, ekstraksi elektrolisis, penguapan, osmosis, pertukaran ion dan adsorpsi [2]. Adsorpsi merupakan salah satu teknik pengolahan limbah yang paling efektif dan banyak digunakan dalam proses pengolahan limbah karena efisiensi yang tinggi, mudah dalam pengoperasian, *biodegradability*, dan biaya yang murah [3].

Dalam proses adsorpsi, adsorben dengan luas permukaan yang besar sangat dibutuhkan [4]. Silika gel memiliki luas permukaan besar. Begitupun karbon aktif yang memiliki luas permukaan besar dan dapat digunakan untuk mengefesienkan adsorpsi pada polutan [5].

Adsorben yang biasa digunakan untuk mengadsorpsi logam berat ialah karbon aktif. Karbon aktif memiliki luas permukaan yang besar yang secara efektif mampu menyerap berbagai macam logam berat. Karbon aktif dapat diperoleh secara komersial dan non-komersial. Karbon aktif komersial umumnya dibuat dalam bentuk grafit, sedangkan karbon aktif non-komersial umumnya disintesis dari hasil limbah pertanian yang sudah tidak terpakai, seperti kulit kacang, sekam padi, dedak gandum, serbuk gaji, dan tempurung kelapa [6].

Akan tetapi, karbon aktif tidak mempunyai

gugus fungsi yang cukup untuk mengadsorpsi logam-logam berat secara ekonomis. Oleh sebab itu, beberapa metode untuk memodifikasi permukaan karbon aktif diperkenalkan secara kimia atau fisika, seperti salah satunya dengan membuat suatu komposit [7].

Pada penelitian sebelumnya [5], komposit silika-karbon aktif dapat terbentuk dan memiliki kapasitas adsorpsi logam berat yang lebih besar dibandingkan dengan silika dan karbon aktif itu sendiri. Namun, silika dan karbon aktif yang digunakan pada penelitian sebelumnya [5] ialah bahan yang didapat secara komersial.

Silika gel nabati yang umumnya digunakan berasal dari sekam padi [8]. Abu sekam padi ini dibuat melalui proses sol-gel hingga terbentuk silika gel. Silika gel ini kemudian ditambahkan dengan agen kopling silan, yaitu 3-Aminopropiletoksisilan (APTES) hingga terbentuk Silika Termodifikasi APTES. Penggunaan agen kopling silan ini bertujuan untuk menyerap logam secara lebih baik dan maksimal dibandingkan dengan silika tanpa APTES [9].

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dibuat suatu komposit dari bahan limbah hasil pertanian, yakni dengan mensintesis silika dari abu sekam padi yang termodifikasi 3-aminopropiletoksisilan (APTES) yang digabungkan dengan karbon aktif dari tempurung kelapa. Abu sekam padi yang mengandung silika difurnace dan selanjutnya akan dimodifikasi secara kimia dengan menggunakan pereaksi APTES. Sehingga pemanfaatan limbah sekam padi dan tempurung kelapa diharapkan menjadi solusi untuk mengatasi masalah pencemaran logam berat Cd pada air.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Sintesis Silika Gel dari Sekam Padi

Pada tahap ini sekam padi diabukan pada suhu 500 °C selama 6 jam. Kemudian, 10 gram abu sekam padi ditambahkan aqua DM sebanyak 60

mL dan diteteskan HCl 6 M sampai pH larutan 1. Kemudian, campuran ini direfluks selama 2 jam. Residu yang dihasilkan digunakan untuk ekstraksi silika. Residu abu sekam padi ditambahkan larutan NaOH 1M dan direfluks selama 1 jam. Filtrat ditetesi dengan HCl 1M sampai pH 7 (terbentuk gel). Lalu, gel ini didiamkan selama 18 jam. Kemudian, silika gel hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray*).

2.2. Preparasi Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa

Karbon aktif dari tempurung kelapa direndam dalam larutan $ZnCl_2$ selama 24 jam dan dicuci dengan aqua DM hingga pH 7. Kemudian, karbon aktif diabukan dengan furnace $300^\circ C$ selama 2 jam. Karbon aktif teraktivasi ini dikarakterisasi dengan alat SAA (*Surface Area Analyzer*).

2.3. Sintesis Komposit Silika Gel – APTES – Karbon Aktif

Silika gel hasil sintesis dan APTES dalam metanol, campuran diaduk selama 30 menit. Karbon aktif ditambahkan dalam campuran selama homogenisasi. Padatan silika gel-APTES-karbon aktif didiamkan selama 10 menit. Setelah terbentuk gelasi, gel didiamkan selama 1 hari. Gel dimasukkan ke dalam metanol dan didiamkan selama 6 hari. Sampel dikeringkan dengan oven selama 2 jam pada suhu $200^\circ C$. Komposit hasil sintesis dikarakterisasi dengan alat FTIR, SEM, dan SAA.

2.3. Sintesis Komposit Silika Gel – APTES – Karbon Aktif

Uji adsorpsi dilakukan pada tiap adsorben hasil sintesis, yaitu uji adsorpsi pada silika gel, karbon aktif teraktivasi, dan komposit silika gel-APTES-karbon aktif. Hal ini bertujuan untuk menguji kemampuan masing-masing adsorben mengadsorpsi logam Cd(II) dalam medium air pada keadaan optimum dua variabel, yaitu pH dan waktu kontak untuk ditentukan model isotherm adsorpsi yang sesuai pada proses adsorpsi logam Cd(II). Hasil uji adsorpsi

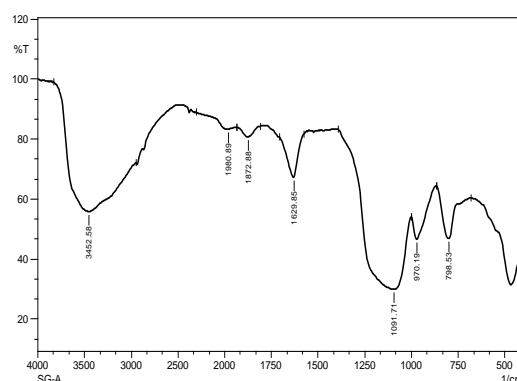
kemudian dianalisis dengan alat AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) untuk menganalisis konsentrasi larutan logam Cd(II) setelah diadsorpsi dengan adsorben hasil sintesis. Uji adsorpsi dilakukan dengan menggunakan logam Cd (II). Logam Cd(II) ini diperoleh dari larutan $CdSO_4 \cdot 8H_2O$. Proses adsorpsi dilakukan dengan metode *batch*.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Karakterisasi Silika Gel Hasil Sintesis

Silika gel hasil furnace dikarakterisasi menggunakan alat SEM-EDX. Hasil karakterisasi yang diperoleh yaitu ukuran partikel berkisar $20\mu m$ dan dapat diketahui komposisi unsur yang terdapat pada silika gel hasil furnace 54.68% unsur Si, 43.18% unsur O, 0.81% unsur Ca, dan 1.34% unsur K.

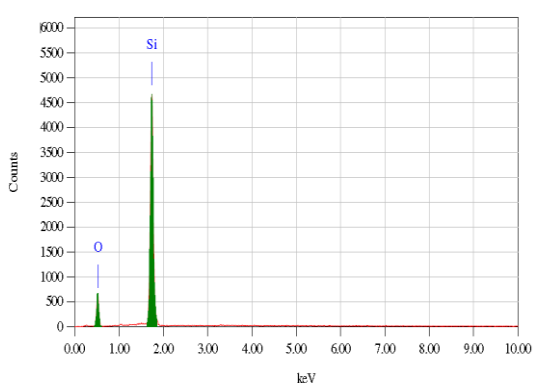
Kemudian, silika hasil furnace diproses dengan beberapa tahapan sampai menjadi larutan natrium silikat hingga menghasilkan produk silika gel hasil sintesis. Silika gel hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan alat SEM-EDX, FTIR, dan SAA. Hasil karakterisasi SEM-EDX menunjukkan partikel berkisar $50\mu m$ dan dapat diketahui komposisi unsur yang terdapat pada silika gel hasil sintesis 53.13% unsur Si dan 46.87% unsur O. Hasil EDX ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1 Grafik EDX silika gel hasil sintesis

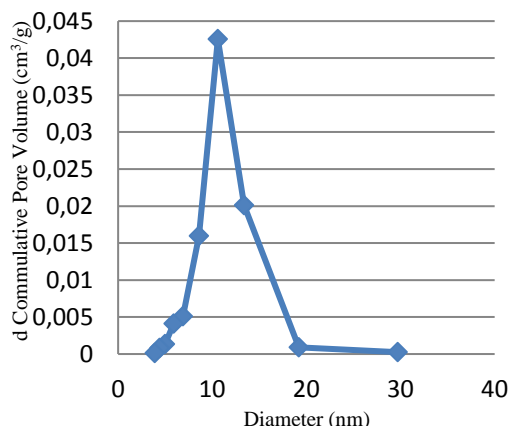
Silika gel hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR. Hasil spektrum FTIR silika gel hasil sintesis menunjukkan adanya pita serapan lebar pada bilangan

gelombang 3452.58 cm^{-1} diduga merupakan gugus -OH . Pita serapan pada 1629.85 cm^{-1} diduga merupakan vibrasi dari molekul air yang terikat. Pita serapan yang kuat pada bilangan gelombang 1091.71 cm^{-1} diduga merupakan ikatan Si-O . Kemudian, pita serapan pada 970.19 cm^{-1} diduga merupakan ikatan Si-O . Pita serapan pada panjang gelombang 798.53 cm^{-1} diduga merupakan ikatan Si-O . Sedangkan, pita serapan pada bilangan gelombang di bawah 500 cm^{-1} diduga merupakan ikatan vibrasi tekuk dari gugus Si-O-Si ditunjukkan pada **gambar 2** [10].



Gambar 2 Spektrum FTIR silika gel hasil sintesis

Silika gel hasil sintesis dikarakterisasi dengan alat SAA menggunakan metode BET dan didapatkan luas permukaan BET $403.2144\text{ m}^2/\text{g}$ ditunjukkan pada **tabel 1**. Pori utama sampel silika gel diduga mesopori karena puncak berada pada 10.6 nm berdasarkan pola BJH adsorpsi-desorpsi distribusi pori ditunjukkan pada **gambar 3**.



Gambar 3 Grafik distribusi pori dengan metode BJH adsorpsi-desorpsi dari sampel silika gel hasil sintesis

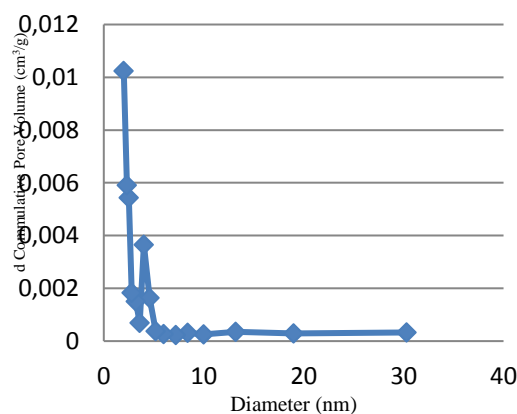
3.2. Hasil Karakterisasi Karbon Aktif Tempurung Kelapa Teraktivasi

Karbon aktif diaktivasi secara kimia dengan merendam karbon ke dalam larutan ZnCl_2 [11]. Karbon aktif teraktivasi dikarakterisasi dengan alat SAA menggunakan metode BET dan didapatkan luas permukaan BET $268.6895\text{ m}^2/\text{g}$ ditunjukkan pada **tabel 1**.

Sampel	S_{bet} (m^2/g)	S_{mic} (m^2/g)	S_{eks} (m^2/g)
Silika Gel	403.214	13.717	389.498
Karbon Aktif	268.690	225.984	42.706
Komposit	221.348	83.032	138.316

Tabel 1 Hasil karakterisasi SAA adsorben hasil sintesis

Pori utama sampel karbon aktif diduga mesopori karena puncak berada pada 4 nm berdasarkan pola BJH adsorpsi-desorpsi distribusi pori ditunjukkan pada **gambar 4**.

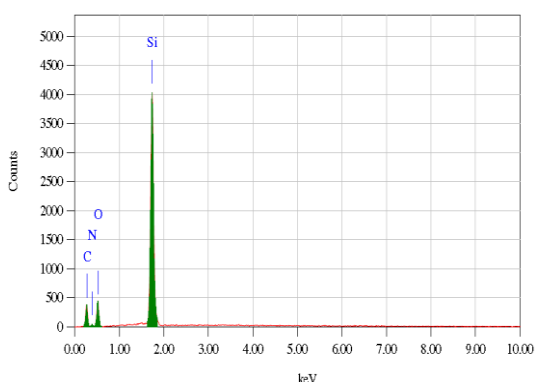


Gambar 4 Grafik distribusi pori dengan metode BJH adsorpsi-desorpsi dari sampel karbon aktif

3.3. Hasil Karakterisasi Komposit Silika Gel-APTES-Karbon Aktif Hasil Sintesis

Silika gel hasil sintesis dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif dengan beberapa tahapan sampai menjadi komposit silika gel-

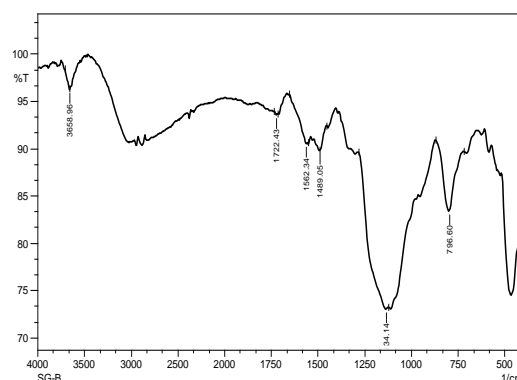
APTES-karbon aktif. Komposit hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan alat SEM-EDX, FTIR, dan SAA. Hasil karakterisasi SEM-EDX menunjukkan partikel berkisar 50µm dan dapat diketahui komposisi unsur yang terdapat pada silika gel hasil sintesis 15.16% unsur Si, 26.04% unsur O, 25.88% unsur N, dan 32.92% unsur C. Komponen unsur kimia yang terdapat pada silika gel bertambah dari yang semula hanya dua komponen, yaitu Si dan O. Sedangkan, setelah silika gel dimodifikasi dengan APTES dan karbon aktif membentuk komposit komponennya menjadi Si, O, N, C. Unsur Si dan O dapat diketahui berasal dari silika gel hasil sintesis (SiO₂). Unsur N berasal dari senyawa APTES, dan unsur C diduga berasal dari 2 senyawa, yakni dari APTES yang digunakan ataupun dari kandungan karbon aktif teraktivasi. Hasil EDX ditunjukkan pada **gambar 5**.



Gambar 5 Grafik EDX komposit hasil sintesis

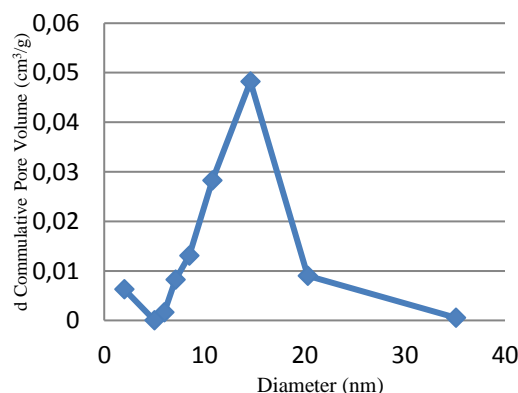
Komposit hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR. Hasil spektrum FTIR komposit hasil sintesis menunjukkan terdapat puncak kecil pita serapan pada panjang gelombang antara 2900 cm⁻¹ dan 1562.34 cm⁻¹ diduga menunjukkan ikatan C-H dalam sampel, sedangkan puncak pita serapan kecil yang terlihat pada gelombang 3658.96 diduga menunjukkan ikatan N-H, dan pada gelombang 1489.05 diduga menunjukkan vibrasi molekul air yang terikat. Pita serapan yang kuat terdapat pada bilangan gelombang 1134.14 cm⁻¹ diduga menunjukkan ikatan Si-O, lalu pada bilangan gelombang 796.60 cm⁻¹ diduga juga merupakan ikatan Si-O, dan bilangan gelombang di bawah 500 cm⁻¹ diduga merupakan vibrasi dari Si-O-Si mengacu pada spektrum FTIR komposit pada

penelitian sebelumnya [1] ditunjukkan pada **gambar 6**.



Gambar 6 Spektrum FTIR komposit

Komposit hasil sintesis dikarakterisasi dengan alat SAA menggunakan metode BET dan didapatkan luas permukaan BET 221.3482 m²/g ditunjukkan pada **tabel 1**. Pori utama sampel silika gel diduga mesopori karena puncak berada pada 14.6 nm berdasarkan pola BJH adsorpsi-desorpsi distribusi pori ditunjukkan pada **gambar 7**.



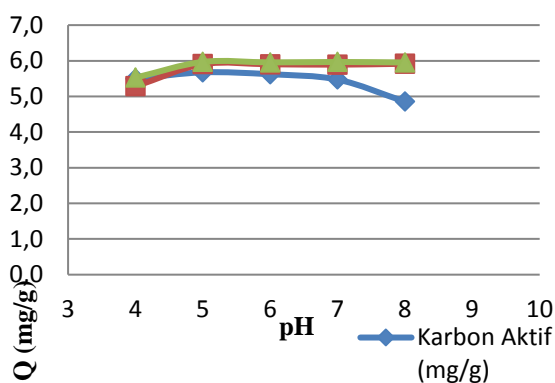
Gambar 7 Grafik distribusi pori dengan metode BJH adsorpsi-desorpsi dari sampel komposit hasil sintesis

3.4. Uji Adsorpsi Silika Gel, Karbon Aktif, dan Komposit Hasil Sintesis

Uji adsorpsi dilakukan pada tiap adsorben hasil sintesis, yaitu uji adsorpsi pada silika gel, karbon aktif teraktivasi, dan komposit silika gel-APTES-karbon aktif. Uji adsorpsi adsorben terhadap logam Cd(II) dalam medium air pada keadaan pH dan waktu kontak variabel, yaitu pH dan waktu kontak optimum untuk ditentukan model isoterm adsorpsi yang sesuai pada proses

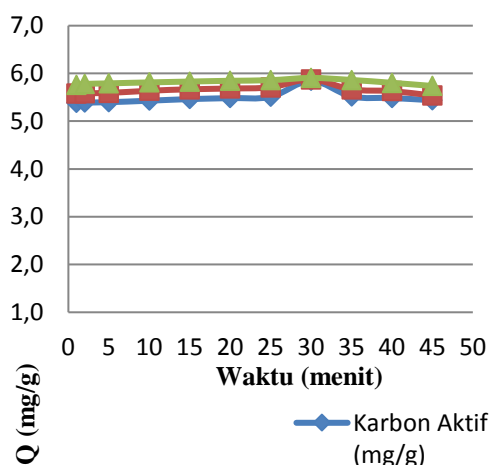
adsorpsi logam Cd(II).

Hasil uji adsorpsi penentuan pH optimum adsorben silika gel, karbon aktif, dan komposit hasil sintesis menunjukkan pH optimum 5 dengan kapasitas adsorpsi masing-masing adsorben 5.90325 silika gel 5.90325, karbon aktif 5.67458, dan komposit 5.96765 berdasarkan **gambar 8**.



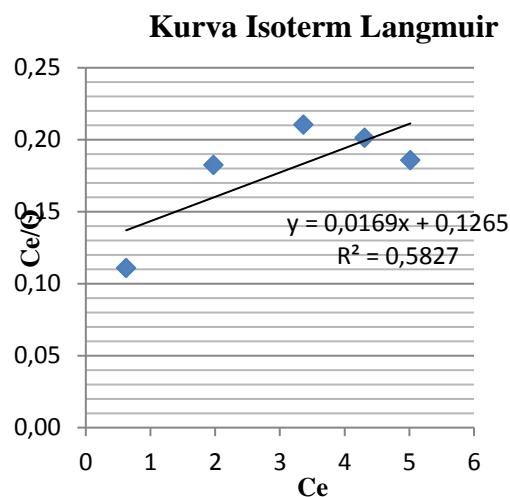
Gambar 8 Pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi logam Cd(II) oleh adsorben hasil sintesis.

Sedangkan, hasil uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum adsorben silika gel, karbon aktif, dan komposit hasil sintesis menunjukkan waktu optimum 30 menit dengan kapasitas adsorpsi masing-masing adsorben 5.87426 silika gel 5.90325, karbon aktif 5.84751, dan komposit 5.90636 berdasarkan **gambar 9** berikut.



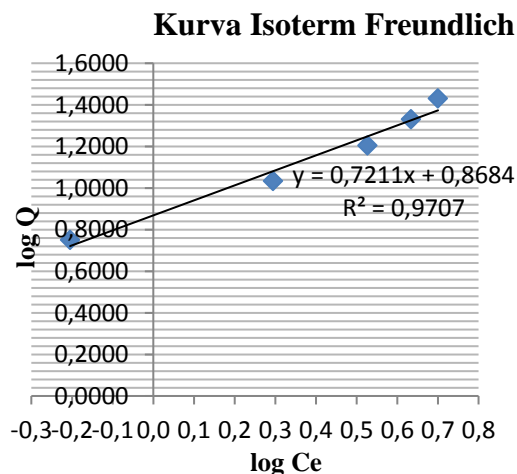
Gambar 9 Pengaruh waktu kontak terhadap kapasitas adsorpsi logam Cd(II) oleh adsorben hasil sintesis

Penentuan model isoterm adsorpsi komposit silika gel-APTES-karbon aktif terhadap logam Cd(II) yaitu filtrat hasil uji adsorpsi dilakukan analisis konsentrasinya dengan instrumen *Atomic Adsorption Spectrofotometry* (AAS). Hasil data analisis AAS digunakan untuk mempelajari model hubungan isoterm Langmuir dan model isoterm Freundlich. Kurva isoterm Langmuir merupakan kurva hubungan antara C_e dan C_e/q ditunjukkan pada **gambar 10**.



Gambar 10 Kurva isotherm Langmuir

Kurva isoterm Freundlich merupakan hubungan antara $\log C_e$ dan $\log q$ ditunjukkan pada **gambar 11**.



Gambar 11 Kurva isotherm Freundlich

Berdasarkan **gambar 10** dan **11**, model isoterm yang lebih sesuai untuk komposit silika gel –

APTES – karbon aktif ialah model isotherm Freundlich. Hal ini disebabkan karena nilai regresi (R^2) pada persamaan Freundlich lebih mendekati 1, yaitu 0.9707. Sedangkan, pada nilai R^2 persamaan Langmuir jauh dari 1, yaitu 0.5827. Oleh karena itu, permukaan komposit silika gel termodifikasi APTES – karbon aktif ini bersifat heterogen.

4. Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini, yaitu ketiga jenis adsorben telah berhasil

disintesis, yaitu silika gel dari sekam padi, karbon aktif dari tempurung kelapa, dan komposit silika gel – APTES – karbon aktif. Adsorben hasil sintesis memiliki kondisi optimum pada pH 5 dan waktu kontak optimum 30 menit pada proses penyerapan logam Cd(II). Model adsorpsi dari hasil uji komposit silika gel – APTES – karbon aktif mengikuti model isotherm Freundlich dengan kapasitas adsorpsi 7.3858. Adsorpsi bersifat heterogen karena mengikuti model isotherm adsorpsi Freundlich.

Daftar Pustaka

- [1] Darmono. *Lingkungan hidup dan pencemaran: hubungannya dengan toksikologi senyawa logam*. Universitas Indonesia, 2006.
- [2] Kwon J-S, Yun S-T, Lee J-H, et al. Removal of divalent heavy metals (Cd, Cu, Pb, and Zn) and arsenic (III) from aqueous solutions using scoria: kinetics and equilibria of sorption. *J Hazard Mater* 2010; 174: 307–313.
- [3] Gupta VK. Application of low-cost adsorbents for dye removal—A review. *J Environ Manage* 2009; 90: 2313–2342.
- [4] Yang RT. *Adsorbents: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons, 2003.
- [5] Givianrad MH, Rabani M, Saber-Tehrani M, et al. Preparation and characterization of nanocomposite, silica aerogel, activated carbon and its adsorption properties for Cd (II) ions from aqueous solution. *J Saudi Chem Soc* 2013; 17: 329–335.
- [6] Salam OEA, Reiad NA, ElShafei MM. A study of the removal characteristics of heavy metals from wastewater by low-cost adsorbents. *J Adv Res* 2011; 2: 297–303.
- [7] Ahn CK, Kim YM, Woo SH, et al. Removal of cadmium using acid-treated activated carbon in the presence of nonionic and/or anionic surfactants. *Hydrometallurgy* 2009; 99: 209–213.
- [8] Siriluk C, Yuttapong S. Structure of mesoporous MCM-41 prepared from rice husk ash. In: *The 8th Asian Symposium on Visualization. Chaingmai. Thailand*. 2005.
- [9] Quang DV, Kim JK, Sarawade PB, et al. Preparation of amino-functionalized silica for copper removal from an aqueous solution. *J Ind Eng Chem* 2012; 18: 83–87.
- [10] Silverstein RM, Bassler GC. Spectrometric identification of organic compounds. *J Chem Educ* 1962; 39: 546.
- [11] Mohanty K, Jha M, Meikap BC, et al. Removal of chromium (VI) from dilute aqueous solutions by activated carbon developed from Terminalia arjuna nuts activated with zinc chloride. *Chem Eng Sci* 2005; 60: 3049–3059.