



## Pemanfaatan Silika dari Abu Sekam Padi untuk Pembuatan Material *Imprinted Ionic* sebagai Adsorben Ion Logam Pb(II)

(*Utilization of Silica from Rice Husk Ash for Preparing Imprinted Ionic Materials as Pb(II) Metal Ion Adsorbent*)

Sri Hastuti\*, Tri Martini, Agustina Tri Utami

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret  
Jalan Ir. Sutami 36 A, Kentingan, Surakarta, 57126, Indonesia

\*Corresponding author: [srihastuti71@staff.uns.ac.id](mailto:srihastuti71@staff.uns.ac.id)

DOI: 10.20961/alchemy.19.2.70373.162-169

Received 13 January 2023, Revised 30 June 2023, Accepted 5 July 2023, Published 30 September 2023

### Kata kunci:

abu sekam padi;  
adsorpsi;  
ionik tercetak;  
Pb(II);  
silika.

**ABSTRAK.** Sintesis material imprinted ionic Pb(II) ( $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ ) menggunakan natrium silikat dari abu sekam padi ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{ASP})$ ) telah berhasil dilakukan pada penelitian ini dengan memanfaatkan abu sekam padi sebagai sumber silika untuk pembuatan natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{ASP})$ ). Modifier yang digunakan adalah  $\text{N}^1\text{-}(3\text{-trimethoxysilylpropyl})\text{diethylenetriamine}$  (TMPDT) dan ion logam Pb(II) berfungsi sebagai templat. Uji kapasitas adsorpsi  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  terhadap ion logam Pb(II) dilakukan pada variasi pH (1 – 6) dan waktu kontak (0 – 120) menit dengan sistem *batch*. Karakterisasi material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* and *Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX), dan *Surface Area Analyzer* (SAA). Berdasarkan data FTIR dan SEM-EDX menunjukkan bahwa material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  memiliki gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ); siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ); alkana dan gugus amin dengan morfologi material yang halus serta terdapat unsur karbon (C) dan nitrogen (N) sebanyak 44,4% dan 8,3% secara berurutan. Hasil karakterisasi dengan SAA menunjukkan bahwa material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  memiliki luas permukaan sebesar  $7,418 \text{ m}^2/\text{g}$ , volume pori total sebesar  $0,012 \text{ cc/g}$  dan jari-jari pori sebesar  $16,670 \text{ \AA}$ . Kondisi terbaik adsorpsi ion logam Pb(II) terjadi pada pH 5 dan waktu kontak 60 menit yang mengikuti model kinetika adsorpsi Pseudo Orde 2 dengan kapasitas adsorpsi sebesar  $1,2418 \text{ mg/g}$ .

### Keywords:

rice husk ash;  
adsorption;  
imprinted ionic;  
Pb(II);  
silica.

**ABSTRACT.** Imprinted ionic Pb(II) ( $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ ) material was synthesized using a solution of sodium silicate from rice husk ash ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{RHA})$ ) in this study using rice husk ash as a source of silica for sodium silicate ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{ASP})$ ). The modifier used is  $\text{N}^1\text{-}(3\text{-trimethoxysilylpropyl})\text{diethylenetriamine}$  (TMPDT) and Pb(II) metal ion as a template. The  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  adsorption capacity of Pb(II) metal ion was performed on solution pH (1 – 6) and contact time of (0 – 120) minutes by the batch system. Material characterization was performed by Fourier Transform Infrared (FTIR), Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX), and Surface Area Analyzer (SAA). Based on FTIR and SEM-EDX showed that  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  had a silanol group ( $\text{Si-OH}$ ), siloxane group ( $\text{Si-O-Si}$ ), alkane and amine group with finer material morphology and presence of carbon (C) and nitrogen (N) element of 44,4% and 8,3% respectively. SAA characterization indicated that  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  had a surface area of  $7.418 \text{ m}^2/\text{g}$ , total pore volume of  $0.012 \text{ cc/g}$ , and pore radius of  $16.670 \text{ \AA}$ . The optimum condition of Pb(II) metal ion adsorption was obtained at pH 5 and a contact time of 60 min that followed the Pseudo Orde 2 adsorption kinetic model with an adsorption capacity of  $1.2418 \text{ mg/g}$ .

## PENDAHULUAN

Metode untuk mengambil ion logam berat dalam air antara lain: adsorpsi, presipitasi, filtrasi, oksidasi/reduksi, elektrokimia, pertukaran ion, teknologi pemisahan dengan membran (*reverse osmosis*), sedimentasi, dan elektro-dialisis (Hartati *et al.*, 2011; Heidari *et al.*, 2009; Nurhasni *et al.*, 2014). Metode adsorpsi merupakan teknik pemurnian dan pemisahan yang sedang berkembang saat ini dan efektif dipakai karena menggunakan peralatan dan proses preparasi yang relatif sederhana sehingga lebih ekonomis (Hasri, 2015), serta tidak menimbulkan efek samping yang beracun (Nurhasni *et al.*, 2014). Adsorpsi didasarkan pada interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang ada pada permukaan adsorben yang dimungkinkan terjadi melalui interaksi

**Cite this as:** Hastuti, S., Martini, T., & Utami, A. T., 2023. Pemanfaatan Silika dari Abu Sekam Padi untuk Pembuatan Material Ionik Tercetak sebagai Adsorben Ion Logam Pb(II). *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 19(2), 162-169.  
<https://dx.doi.org/10.20961/alchemy.19.2.70373.162-169>.

pembentukan kompleks. Beberapa gugus fungsional yang terlibat antara lain –NH (Robles-Jimarez *et al.*, 2022), –SH (Sharma *et al.*, 2022), dan –COOH (Heidari *et al.*, 2009; Jabbari-Gargari *et al.*, 2021; Jiaqi *et al.*, 2019).

Jenis adsorben yang sering digunakan dalam proses adsorpsi logam berat adalah karbon aktif, silika, lempung, zeolit, resin penukar kation (Hasri, 2015), dan alumina (Nurhasni *et al.*, 2014). Silika memiliki beberapa kelebihan seperti mudah diproduksi, sangat inert, luas permukaannya besar, kemampuan adsorpsi yang baik, memiliki kapasitas pertukaran kation (Budiman *et al.*, 2009), hidrofilik, memiliki sisi aktif pada permukaannya, tidak reaktif dalam pelarut organik (Azmiyawati, 2004), mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang tinggi serta relatif tidak mengembang dalam pelarut organik (Jal *et al.*, 2004; Mahmoud *et al.*, 2004; Sriyanti *et al.*, 2005; Sulastri and Kristianingrum, 2010). Selain itu, abu sekam padi mampu menghasilkan silika yang cukup tinggi yaitu sebesar 89,47% – 98%. Kandungan silika yang sangat tinggi tersebut menjadikan abu sekam padi sangat potensial sebagai sumber silika untuk menghasilkan material baru berbasis silika (Sakti *et al.*, 2013).

Di samping itu, silika gel dapat berperan sebagai adsorben karena terdapat situs aktif pada permukaannya yaitu gugus siloksan (Si–O–Si) dan gugus silanol (Si–OH) (Roldan *et al.*, 2004; Sulastri and Kristianingrum, 2010), yang cenderung bersifat basa keras (*hard*). Kekurangan silika gel adalah belum maksimal dalam menyerap ion logam karena ion logam pada umumnya memiliki ukuran besar dan polarisabilitas tinggi atau bersifat asam lunak (*soft*). Modifikasi permukaan silika dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi ion tetapi belum selektif dalam menyerap ion logam tertentu. Salah satu upaya untuk membuat material berbasis silika yang selektif terhadap ion logam tertentu adalah dengan teknik ionik tercetak. Teknik ionik tercetak didasarkan pada polimerisasi monomer yang mengandung gugus fungsional dan juga melibatkan ion logam yang berperan sebagai templat. Ion logam dilepas dari matriks polimer untuk membentuk rongga ionik tercetak sehingga material ionik tercetak dapat mengadsorpsi ion logam target secara selektif (Buhani *et al.*, 2010; Li *et al.*, 2007; Sakti *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2007). Sakti *et al.* (2013), telah mensintesis silika dari abu sekam padi dengan APTMS sebagai *modifier* menggunakan teknik ionik tercetak untuk adsorpsi ion logam Au(III). Pada senyawa *(3-aminopropyl)triethoxysilane* (APTES) hanya mempunyai satu gugus amin pada struktur molekulnya.

Oleh karena itu, senyawa *N<sup>l</sup>-(3-trimethoxysilylpropyl)diethylentriamine* (TMPDT) merupakan salah satu modifier yang memiliki tiga gugus amin dalam strukturnya sehingga diharapkan mempunyai kapasitas adsorbsi yang lebih baik dibandingkan APTES yang hanya mempunyai satu gugus amina (Hastuti *et al.*, 2020). Penelitian ini mempelajari sintesis material *imprinted ionic* berbasis silika dari abu sekam padi dengan ion logam Pb(II) sebagai templat dan TMPDT sebagai *modifier* untuk adsorpsi ion logam Pb(II). Proses adsorpsi ion logam Pb(II) dalam larutan air sangat dipengaruhi kondisi pH dan waktu kontak sehingga dalam penelitian ini dilakukan optimasi pH dan waktu kontak.

## METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah abu sekam padi yang diambil dari Desa Bulurejo, Kabupaten Klaten, Provinsi Jawa Tengah. Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah TMPDT, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NaOH, HCl 37%, EDTA, HNO<sub>3</sub> 65% (Merck), akuades, dan kertas saring (Whatman No. 42). Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini adalah FTIR (Shimadzu IR Prestige-21), SAA (NovaWin Quantachrome tipe 112), SEM-EDX (Quanta 400 FEG Analyzer), AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dari Shimadzu tipe AA-6650 F, *furnace* (memmert), oven (memmert), *shaker* (MRK Mitamura Riken), pH meter (Eutech Instrument pH 700), ayakan (200 mesh).

### Sintesis SiO<sub>2</sub>–TMPDT–Pb–Imp

Pembuatan natrium silikat dari abu sekam padi (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>(ASP)) mengacu pada penelitian Sakti *et al.* (2013). Sebanyak 20 g abu sekam padi lolos ayakan 200 *mesh* ditambah 160 mL NaOH 4 M kemudian diaduk dan dididihkan hingga kental. Selanjutnya, campuran dipanaskan pada suhu 500 °C selama 30 menit kemudian didinginkan dan direndam selama 24 jam dalam akuades dengan volume 200 mL dan disaring. Filtratnya disebut Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>(ASP). Pembuatan material SiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub>–TMPDT–Pb–Imp dilakukan melalui proses sol-gel. Sebanyak 50 mL Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>(ASP) ditambah 50 mL TMPDT dan 50 mL larutan Pb(II) 1000 ppm. Campuran diaduk selama 2 jam kemudian ditetes dengan HCl 6 M sampai terbentuk gel. Tahapan selanjutnya, campuran dioven pada suhu 70 °C hingga kering, diseragamkan dengan 200 *mesh*, dan dielusi dengan larutan EDTA 0,1 M dan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

### Karakterisasi Material

Material SiO<sub>2</sub> dari Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>(ASP), SiO<sub>2</sub>–TMPDT, SiO<sub>2</sub>–TMPDT–Pb, dan SiO<sub>2</sub>–TMPDT–Pb–Imp dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya. Analisis morfologi dan kandungan unsur material

$\text{SiO}_2$ -TMPDT dan  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp dilakukan menggunakan SEM-EDX. Adapun analisis luas permukaan volume pori dan ukuran pori material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT dan  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp dilakukan dengan menggunakan SAA.

### Penentuan pH Optimum

Sebanyak 20 mg material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT dan  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp masing-masing ditambahkan dengan 10 mL larutan Pb(II) 5 ppm pada variasi pH 2 – 6. Campuran dikocok menggunakan *shaker* selama 1 jam dan disaring menggunakan kertas saring. Filtrat dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi logam Pb(II) yang tersisa.

### Penentuan Waktu Kontak Optimum

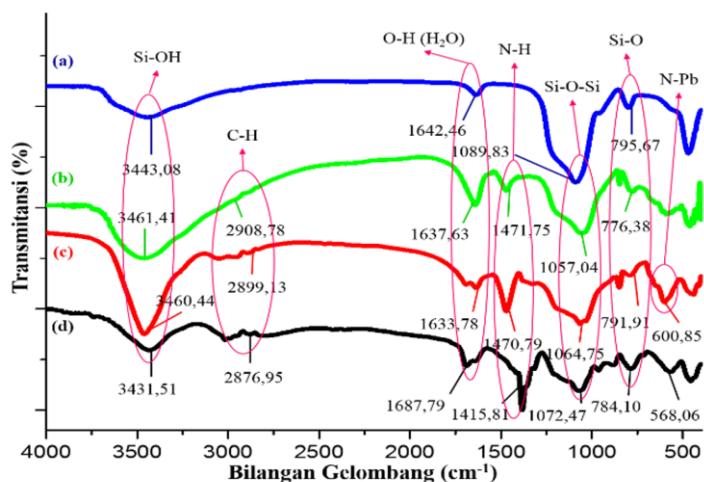
Sebanyak 20 mg material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT dan  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp masing-masing ditambahkan pada 10 mL larutan Pb(II) 5 ppm pada pH optimum. Campuran dikocok menggunakan *shaker* dengan variasi waktu kontak 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 80; 100 dan 120 menit. Masing-masing disaring menggunakan kertas saring dan filtrat dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi logam Pb(II) yang tersisa.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi Material

#### Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Analisis FTIR pada silika ( $\text{SiO}_2$ ),  $\text{SiO}_2$  termodifikasi TMPDT ( $\text{SiO}_2$ -TMPDT),  $\text{SiO}_2$ -TMPDT mengikat logam Cd ( $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Cd) dan material ionik tercetak Cd(II) ( $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Cd-Imp) ditunjukkan pada [Gambar 1\(a-d\)](#).

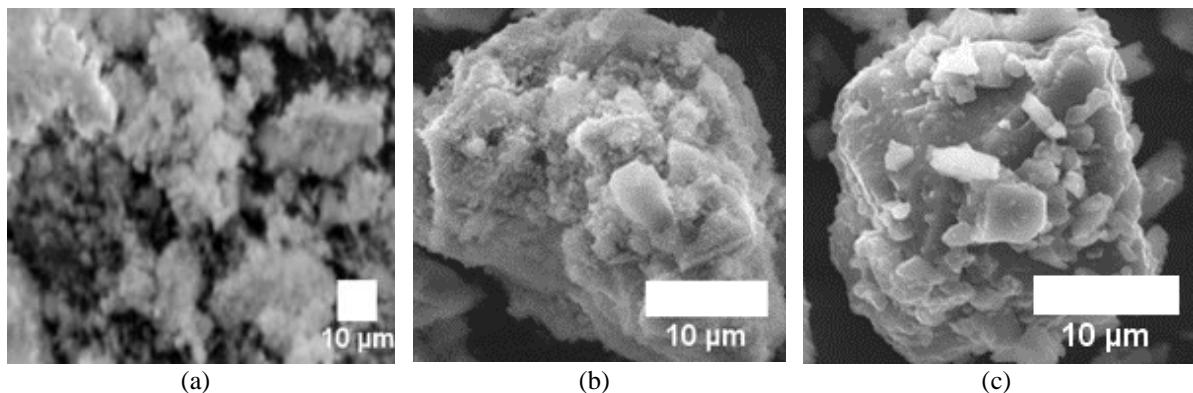


**Gambar 1.** Spektra FTIR (a) silika, (b)  $\text{SiO}_2$ -TMPDT, (c)  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb, dan (d)  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp.

Berdasarkan [Gambar 1](#) terlihat bahwa ion logam Pb(II) sudah dilepaskan yang diindikasikan dengan pergeseran bilangan gelombang dan juga perubahan intensitas. Hilangnya logam yang awalnya terikat dengan atom N pada TMPDT ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang  $568,06 \text{ cm}^{-1}$  yang intensitasnya lebih kecil dibandingkan serapan pada material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb ([Gambar 1c](#)). Hal ini dimungkinkan bahwa ion logam Pb(II) yang tadinya terikat sudah terlepas. Perubahan lain yang nampak ditunjukkan oleh serapan N-H *bending* pada bilangan gelombang  $1470,79 \text{ cm}^{-1}$  untuk material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb ([Gambar 1c](#)) dan  $1415,81 \text{ cm}^{-1}$  untuk material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp ([Gambar 1d](#)). Material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp ([Gambar 1d](#)) memiliki intensitas serapan yang lebih tinggi jika dibandingkan material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb ([Gambar 1c](#)). Hal ini bisa diasumsikan bahwa pada material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp ([Gambar 1d](#)), atom N yang tadinya berikatan dengan ion logam Pb(II) kembali berikatan dengan H sehingga intensitasnya meningkat. Serapan N-H *bending* tersebut tidak jauh berbeda menurut [Jin and Bhai \(2002\)](#) yang ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang  $1660 - 1400 \text{ cm}^{-1}$ .

### Analisis Morfologi dan Kandungan Unsur Menggunakan SEM-EDX

Berdasarkan hasil SEM tidak tampak adanya perbedaan morfologi  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT}$ , dan  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  pada Gambar 2. Pembentukan rongga *imprinted* kurang jelas terlihat pada analisis SEM. Pengujian dengan EDX dilakukan untuk membuktikan bahwa ion logam Pb(II) telah berhasil dilepaskan dari material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb}$ . Hasil uji EDX ditunjukkan pada Tabel 1.



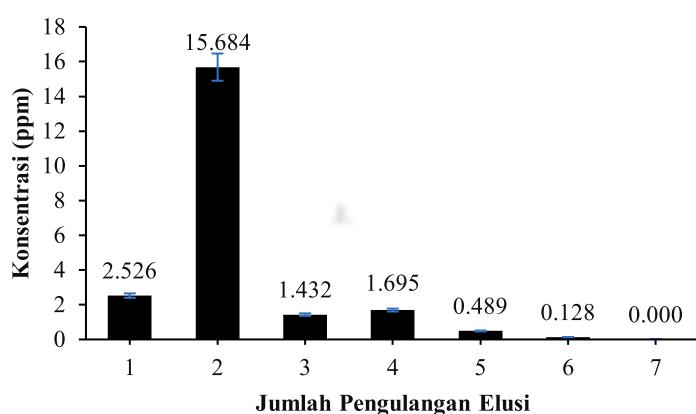
**Gambar 2.** Morfologi permukaan material (a)  $\text{SiO}_2$ , (b)  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT}$ , dan (c)  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ .

Hasil EDX pada Tabel 1 menunjukkan bahwa adanya persentase unsur N pada material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT}$  dan  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  menandakan bahwa modifier TMPDT telah berhasil diimobilisasi pada permukaan  $\text{SiO}_2$ . Tabel 1 juga menunjukkan bahwa pada material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ , ion logam Pb(II) telah berhasil dilepaskan dari material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb}$  yang dikuatkan dengan hilangnya kandungan unsur ion logam Pb(II) pada material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ .

**Tabel 1.** Perbandingan unsur material  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT}$ , dan  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ .

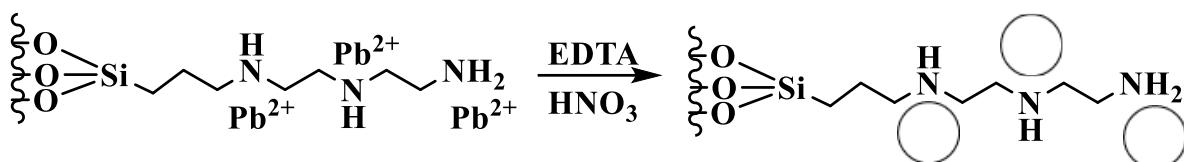
Material	Kandungan Unsur (%)				
	Si	O	C	N	Pb
$\text{SiO}_2$ (Suka <i>et al.</i> , 2008)	44,25	52,13	-	-	-
$\text{SiO}_2\text{-TMPDT}$	13,7	36,4	46,5	2,1	1,3
$\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$	14,5	32,7	44,4	8,3	0

Templat ion logam Pb(II) dibentuk melalui elusi dengan menggunakan larutan EDTA dan  $\text{HNO}_3$ . Jumlah ion Pb(II) yang terelusi dari 10 g material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb}$  ditunjukkan oleh Gambar 3 yang menunjukkan bahwa ion logam Pb(II) telah banyak terlepas dari material adsorben yang dilihat dari konsentrasi ion logam Pb(II) pada pencucian terakhir sebesar 0 ppm dari 5 mL 1000 ppm ion logam Pb(II) yang ditambahkan. Berdasarkan perhitungan ion logam Pb(II) yang seharusnya terelusi dari material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb}$  adalah sekitar 5 mg. Hasil AAS setelah pencucian terakhir hanya mampu melepas ion logam Pb(II) sebesar 2,1954 mg sehingga sangat dimungkinkan masih terdapat ion logam Pb(II) pada material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$ . Hal ini yang mungkin menyebabkan kapasitas adsorpsi material  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb-Imp}$  terhadap ion logam Pb(II) kurang maksimal.



**Gambar 3.** Hasil elusi ion logam Pb(II) dari  $\text{SiO}_2\text{-TMPDT-Pb}$ .

Banyaknya ion logam Pb(II) dalam  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb yang dielusi menyebabkan terbentuknya material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp yang memiliki efek memori terhadap ion logam Pb(II) yang diharapkan akan lebih selektif terhadap bentuk dan ukuran ion logam Pb(II) yang masuk ke dalamnya. Pelepasan ion logam Pb(II) dari material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb hingga terbentuk material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp diilustrasikan oleh [Gambar 4](#).



**Gambar 4.** Reaksi pelepasan ion logam Pb(II) dari material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb.

#### Analisis Luas Permukaan, Volume Pori dan Ukuran Pori Menggunakan SAA

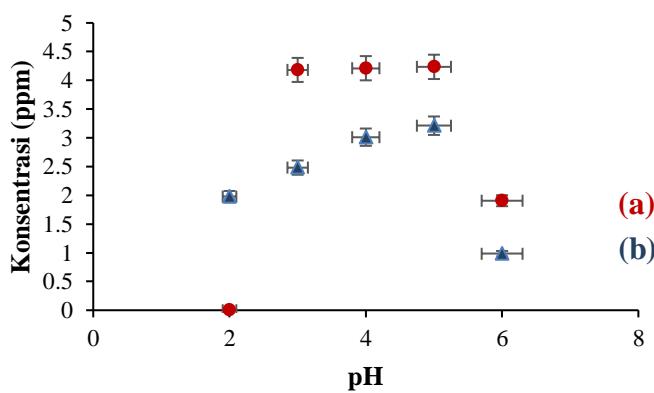
Luas permukaan dianalisis dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) yang dinyatakan dalam jumlah total luas permukaan adsorben dalam setiap massa adsorben. Berdasarkan [Tabel 2](#) tampak bahwa luas permukaan  $\text{SiO}_2$  dari  $\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{ASP})$  jauh lebih besar dibandingkan dengan material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT maupun  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp, begitu pula dengan volume pori dan juga jari-jari pori. Hal ini disebabkan karena pada  $\text{SiO}_2$  pori-pori tidak tertutup oleh senyawa modifier TMPDT sedangkan pada  $\text{SiO}_2$ -TMPDT maupun  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp dimungkinkan pori porinya banyak yang tertutup. Oleh karena itu, proses adsorpsi kemungkinan lebih didominasi interaksi antara situs aktif dari TMPDT dibandingkan dengan melalui pori.

**Tabel 2.** Hasil analisis adsorben dengan *Surface Area Analyzer* (SAA).

Material	Luas Permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Volume Pori ( $\text{cc/g}$ )	Jari-jari Pori ( $\text{\AA}$ )
$\text{SiO}_2$	296,387	0,833	560
$\text{SiO}_2$ -TMPDT	59,300	0,159	18,853
$\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp	7,418	0,012	16,670

#### Penentuan pH Optimum

Berdasarkan [Gambar 5](#), kapasitas adsorpsi mengalami peningkatan seiring dengan kenaikan nilai pH hingga pH 5. Namun, pada pH 6 kapasitas adsorpsi mengalami penurunan drastis yang disebabkan karena pada pH 6 larutan ion logam Pb(II) mulai mengalami pengendapan. Logam Pb akan membentuk endapan  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  pada pH 6 sehingga proses adsorpsi sulit terjadi. Berdasarkan harga konstanta hasil kelarutan ( $K_{\text{sp}}$ )  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  sebesar  $1,43 \times 10^{-20}$  maka pengendapan akan terjadi pada pH 6. Oleh karena itu, kondisi optimum pH larutan ion logam Pb(II) yaitu pH 5.

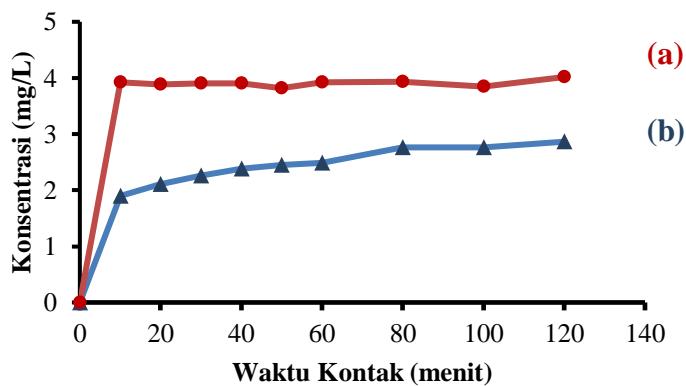


**Gambar 5.** (a) Grafik penentuan pH optimum pada  $\text{SiO}_2$ -TMPDT dan (b)  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp.

#### Penentuan Waktu Kontak Optimum

Waktu kontak optimum merupakan waktu yang dibutuhkan dalam proses adsorpsi suatu adsorben untuk mencapai kesetimbangan yang ditunjukkan [Gambar 6](#). Data yang diperoleh dari variasi waktu kontak, apabila dibandingkan kapasitas adsorpsi material  $\text{SiO}_2$ -TMPDT dan  $\text{SiO}_2$ -TMPDT-Pb-Imp pada kondisi terbaik pH 5

serta waktu kontak selama 60 menit menyatakan bahwa kapasitas adsorpsi material SiO<sub>2</sub>-TMPDT sebesar 1,9592 mg/g, sedangkan kapasitas adsorpsi material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp sebesar 1,2418 mg/g. Material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp memberikan hasil yang kurang baik dibandingkan material SiO<sub>2</sub>-TMPDT, hal ini dimungkinkan karena material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp sangat cepat untuk menyerap molekul H<sub>2</sub>O, sehingga situs-situs aktif yang harusnya berfungsi untuk menyerap ion logam Pb(II) dipenuhi oleh ikatan dengan molekul-molekul H<sub>2</sub>O. Kapasitas material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp tersebut jauh lebih besar jika dibandingkan dengan kapasitas silika dari abu sekam padi tanpa modifikasi menurut Fathonah *et al.* (2012) yaitu sebesar 0,31 mg/g, akan tetapi kapasitas material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp lebih kecil dibandingkan dengan material SiO<sub>2</sub>-TMPDT yang telah disintesis Hamoudi *et al.* (2010) yang memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 1,56 mg/g.



Gambar 6. (a) Grafik penentuan waktu kontak optimum pada SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan (b) SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp.

Data yang diperoleh dari variasi waktu kontak digunakan untuk menentukan kinetika adsorpsinya. Kinetika adsorpsi digunakan untuk menentukan model kinetika yang sesuai pada adsorpsi ion logam Pb(II) oleh material SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp, serta untuk mendapatkan nilai-nilai parameter kinetika adsorpsi. Waktu kontak yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan dijadikan sebagai ukuran laju adsorpsi. Model kinetika adsorpsi yang digunakan dalam adsorpsi adalah model persamaan orde satu, orde dua, pseudo orde satu dan pseudo orde dua. Model kinetika adsorpsi yang sesuai ditentukan berdasarkan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) yang mendekati satu.

Data pada Tabel 3 tampak bahwa nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) pada pseudo orde dua lebih tinggi (mendekati 1) jika dibandingkan dengan pseudo orde satu. Hal ini menunjukkan bahwa model kinetika adsorpsi ion logam Pb(II) oleh material SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp adalah pseudo orde dua dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9991 dan 0,9924 secara berurutan. Grafik kinetika adsorpsi orde satu, orde dua, pseudo orde satu, dan pseudo orde dua berturut-turut ditunjukkan dalam Gambar S1 – S4.

Tabel 3. Nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) dan konstanta laju reaksi.

Model Kinetika	SiO <sub>2</sub> -TMPDT		SiO <sub>2</sub> -TMPDT-Pb-Imp	
	k	R <sup>2</sup>	k	R <sup>2</sup>
Orde 1	0,0014	0,0019	0,0078	0,7266
Orde 2	-0,0178	0,0296	0,0043	0,8810
Pseudo Orde 1	-0,0068	0,0133	-0,0125	0,1107
Pseudo Orde 2	0,9683	0,9991	0,1014	0,9924

Persamaan pseudo orde dua dituliskan dalam Persamaan (1).

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \left(\frac{1}{q_e}\right) t \quad (1)$$

Keterangan:

- q<sub>e</sub> = kapasitas adsorpsi saat kesetimbangan (mg/g)  
q<sub>t</sub> = kapasitas adsorpsi saat waktu t (mg/g)

Berdasarkan Persamaan (1) model kinetika pseudo orde dua, nilai q<sub>e</sub> diperoleh dari *intercept*. Kemudian dengan mengetahui nilai q<sub>e</sub> tersebut dapat ditentukan nilai k (g/mg menit) dari *slope*-nya. Adapun nilai q<sub>e</sub> yang diperoleh dari persamaan pseudo orde dua untuk material SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp sebesar

1,9775 mg/g dan 1,4689 mg/g mendekati nilai  $q_e$  yang diperoleh dari eksperimen yaitu sebesar 1,9592 mg/g dan 1,2418 mg/g secara berurutan. Di samping itu, nilai  $q_e$  yang diperoleh dari persamaan pseudo orde satu untuk material SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp sebesar 0,0977 mg/g dan 0,1619 mg/g yang berbeda secara signifikan dibandingkan nilai  $q_e$  yang diperoleh dari eksperimen. Nilai  $q_e$  yang diperoleh dari eksperimen merupakan nilai  $q_t$  pada waktu ke-60 untuk material SiO<sub>2</sub>-TMPDT dan material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp. Model kinetika pseudo orde dua memungkinkan proses adsorpsi berjalan secara kimia. Model kinetika pseudo orde dua ini juga memprediksi bahwa proses adsorpsi melibatkan, saling berbagi dan/atau bertukar elektron antara adsorben dan kation logam (Hastuti *et al.*, 2015; Liu *et al.*, 2011).

## KESIMPULAN

Sintesis material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp dapat dilakukan dengan mereaksikan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, TMPDT, Pb(II) serta dengan penambahan HCl melalui metode sol-gel dilanjutkan dengan elusi ion logam Pb(II) untuk membentuk templat. Karakterisasi material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp dengan FTIR ditunjukkan munculnya silanol (Si-OH); siloksan (Si-O-Si); alkana dan gugus amin, dan karakterisasi SEM-EDX diperoleh unsur karbon (C) dan nitrogen (N) sebanyak 44,4% dan 8,3%. Analisis dengan SAA diperoleh luas permukaan, volume pori dan jari-jari pori masing-masing sebesar 7,418 m<sup>2</sup>/g 0,012 cc/g, dan 16,670 Å. Kondisi optimum adsorpsi ion logam Pb(II) oleh material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp dicapai pada pH 5 dan waktu kontak 60 menit. Model kinetika adsorpsi yang sesuai untuk penyerapan ion logam Pb(II) oleh material SiO<sub>2</sub>-TMPDT-Pb-Imp adalah pseudo orde 2 dengan kapasitas adsorpsi sebesar 1,2418 mg/g.

## INFORMASI PENDUKUNG

Informasi Tambahan (*Supplementary Information, SI*) artikel ini dapat dilihat pada tautan <https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/editor/downloadFile/70373/225857>.

## KONFLIK KEPENTINGAN

Tidak ada konflik kepentingan dalam artikel ini.

## KONTRIBUSI PENULIS

SH: Konseptualisasi, Metodologi, Analisis Data, Akuisisi Pendanaan, Supervisi, Telaah dan Penyuntingan Manuskrip; TM: Supervisi, Telaah dan Penyuntingan Manuskrip; ATU: Penyelidikan, Analisis Data, Penulisan Draf Manuskrip, Telaah dan Penyuntingan Manuskrip.

## DAFTAR PUSTAKA

- Azmiyawati, C., 2004. Modifikasi Silika Gel dengan Gugus Sulfonat untuk Meningkatkan Kapasitas Adsorpsi Mg(II). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 7(1), 10–16. <https://doi.org/10.14710/jksa.7.1.10-16>.
- Budiman, H., Sri H.K., F., and Setiawan, A. H., 2009. Preparation of Silica Modified with 2-Mercaptoimidazole and Its Sorption Properties of Chromium(III). *E-Journal of Chemistry*, 6(1), 141–150. <https://doi.org/10.1155/2009/647505>.
- Buhani, Narsito, Nuryono, and Kunarti, E. S., 2010. Production of Metal Ion Imprinted Polymer from Mercapto-Silica Through Sol-Gel Process as Selective Adsorbent of Cadmium. *Desalination*, 251(1–3), 83–89. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2009.09.139>.
- Fathonah, R., Mahardiani, L., and Sukardjo, J. S., 2012. Preparasi dan Aplikasi Silika Gel yang Bersumber dari Biomassa untuk Adsorpsi Logam Berat. In *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia IV*, 31, 82–88.
- Hamoudi, S., El-Nemr, A., and Belkacemi, K., 2010. Adsorptive Removal of Dihydrogenphosphate Ion from Aqueous Solutions Using Mono, Di- and Tri-Ammonium-Functionalized SBA-15. *Journal of Colloid and Interface Science*, 343(2), 615–621. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.11.070>.
- Hartati, I., Riwayati, I., and Kurniasari, L., 2011. Potensi Xanthate Pulpa Kopi sebagai Adsorben pada Pemisahan Ion Timbal dari Limbah Industri Batik. *Momentum*, 7(2), 25–30. <http://dx.doi.org/10.36499/jim.v7i2.102>.
- Hasri, 2015. Studi Adsorpsi Logam Pb (II) Menggunakan Adsorben Biomassa Aspergillus niger Hasil Pemerangkapan. *Jurnal Sansmat*, IV(2), 126–135. <https://doi.org/10.35580/sansmat4218632015>
- Hastuti, S., Nuryono, and Kuncaka, A., 2015. L-Arginine-Modified Silica for Adsorption of Gold(III). *Indonesian Journal of Chemistry*, 15(2), 108–115. <https://doi.org/10.22146/ijc.21203>.
- Hastuti, S., Wahyuningsih, S., Martini, T., Fajariani, E. N., and Candraningrum, I. K., 2020. Synthesis of N<sup>l</sup>-(3-

- trimethoxysilylpropyl) Diethylentriamine Modified Silica ( $\text{SiO}_2(\text{RHA})\text{-TMPDT}$ ) for Adsorption of Gold (III). *In AIP Conference Proceedings*, 2237(1), 1–7. <https://doi.org/10.1063/5.0008267>.
- Heidari, A., Younesi, H., and Mehraban, Z., 2009. Removal of Ni(II), Cd(II), and Pb(II) from a Ternary Aqueous Solution by Amino Functionalized Mesoporous and Nano Mesoporous Silica. *Chemical Engineering Journal*, 153(1–3), 70–79. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.06.016>
- Jabbari-Gargari, A., Moghaddas, J., Hamishehkar, H., and Jafarizadeh-Malmiri, H., 2021. Carboxylic Acid Decorated Silica Aerogel Nanostructure as Drug Delivery Carrier. *Microporous and Mesoporous Materials*, 323, 111220. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.111220>.
- 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*, 62(5), 1005–1028. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2003.10.028>.
- Jiaqi, Z., Yimin, D., Danyang, L., Shengyun, W., Liling, Z., and Yi, Z., 2019. Synthesis of Carboxyl-Functionalized Magnetic Nanoparticle for The Removal of Methylene Blue. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 572(March), 58–66. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.03.095>.
- Jin, L., and Bai, R., 2002. Mechanisms of Lead Adsorption On Chitosan/PVA Hydrogel Beads. *Langmuir*, 18(25), 9765–9770. <https://doi.org/10.1021/la0259171>.
- Li, F., Jiang, H., and Zhang, S., 2007. An Ion-Imprinted Silica-Supported Organic-Inorganic Hybrid Sorbent Prepared by A Surface Imprinting Technique Combined with A Polysaccharide Incorporated Sol-Gel Process for Selective Separation of Cadmium(II) from Aqueous Solution. *Talanta*, 71(4), 1487–1493. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.07.023>.
- Liu, Y., Liu, Z., Gao, J., Dai, J., Han, J., Wang, Y., Xie, J., and Yan, Y., 2011. Selective Adsorption Behavior of Pb(II) by Mesoporous Silica SBA-15-Supported Pb(II)-Imprinted Polymer Based on Surface Molecularly Imprinting Technique. *Journal of Hazardous Materials*, 186(1), 197–205. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.10.105>.
- Mahmoud, M. E., Masoud, M. S., and Maximous, N. N., 2004. Synthesis, Characterization and Selective Metal Binding Properties of Physically Adsorbed 2-Thiouracil on The Surface of Porous Silica and Alumina. *Microchimica Acta*, 147, 111–115. <https://doi.org/10.1007/s00604-004-0210-x>.
- Nurhasni, N., Hendrawati, H., and Saniyyah, N., 2014. Sekam Padi untuk Menyerap Ion Logam Tembaga dan Timbal dalam Air Limbah. *Jurnal Kimia VALENSI*, 4(1), 36–44. <https://doi.org/10.15408/jkv.v4i1.1074>.
- Robles-Jimarez, H. R., Sanjuan-Navarro, L., Jornet-Martínez, N., Primaz, C. T., Teruel-Juanes, R., Molins-Legua, C., Ribes-Greus, A., and Campíns-Falcó, P., 2022. New silica based adsorbent material from rice straw and its in-flow application to nitrate reduction in waters: Process sustainability and scale-up possibilities. *Science of the Total Environment*, 805(150317), 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150317>.
- Roldan, P. S., Alcántara, I. L., Padilha, C. C. F., and Padilha, P. M., 2004. Determination of Copper, Iron, Nickel and Zinc in Fuel Kerosene by FAAS After Adsorption and Pre-Concentration on 2-Aminotiazole-Modified Silica Gel. *Eclectica Química*, 29, 33–40. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2004.08.001>.
- Sakti, S. C. W., Siswanta, D., and Nuryono., 2013. Adsorption of Gold(III) on Ionic Imprinted Amino-Silica Hybrid Prepared from Rice Hull Ash. *Pure and Applied Chemistry*, 85(1), 211–223. <https://doi.org/10.1351/PAC-CON-12-01-02>.
- Sharma, S., Kumar Walia, Y., Grover, G., and Sanjeev, V. K., 2022. Effect of Surface Modification of Silica Nanoparticles with Thiol group on the Shear Thickening Behaviors of the Suspensions of Silica Nanoparticles in Polyethylene Glycol (PEG). *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1225(1), 012053. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/1225/1/012053>.
- Sriyanti, S., Azmiyawati, C., and Taslimah, T. 2005. Adsorpsi Kadmium(II) pada Bahan Hibrida Tiol-Silika dari Abu Sekam Padi. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 8(2), 48–54. <https://doi.org/10.14710/jksa.8.2.48-54>.
- Suka, I. G., Simanjutak, W., Sembiring, S., and Trisnawati, E. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA dan Pembelajarannya*, 37(1).
- Sulastri, S., and Kristianingrum, S., 2010. Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. 15 Mei 2010, Yogyakarta, DIY. Universitas Negeri Yogyakarta, Indonesia, pp. 211–216.
- Zhang, N., Hu, B., and Huang, C., 2007. A New Ion-Imprinted Silica Gel Sorbent for On-Line Selective Solid-Phase Extraction of Dysprosium(III) with Detection by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 597(1), 12–18. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.06.045>.