

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

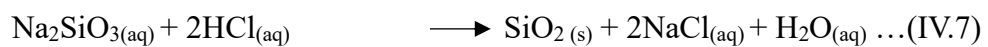
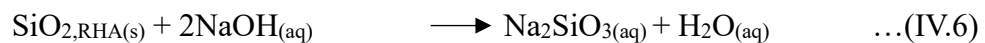
Penelitian dengan judul "Pengaruh Variasi Sumber Natrium Silikat Pada Adsorben Oksida  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  Terhadap Kapasitas Adsorpsi Ion Logam  $\text{Pb(II)}$ " merupakan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik sejak Oktober 2023 hingga Januari 2024. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan sumber natrium silikat sintesis dari sekam padi dan natrium silikat komersial, membandingkan karakteristik adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan sumber natrium silikat sintesis dari sekam padi dan natrium silikat komersial, dan menentukan kapasitas adsorpsi logam  $\text{Pb(II)}$  oleh adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dari natrium silikat sintesis dan natrium silikat komersial.

#### IV.1 Hasil Sintesis Silika

Sintesis silika dilakukan pada abu sekam padi yang diperoleh dari limbah sekam padi di daerah Gresik menggunakan metode sol gel dengan dorongan prekursor natrium silikat. Natrium silikat hasil ekstraksi dilakukan analisis untuk mengetahui kadar silika di dalamnya menggunakan instrumen AAS, dengan hasil kadar natrium silikat hasil ekstraksi sebesar 111,1 mg/L, berbeda dengan kadar silika pada natrium silikat komersial yaitu sebesar 356,547 mg/L.

Sebelumnya, ekstraksi sekam padi melalui proses *leaching* dengan asam klorida (HCl). Proses *leaching* dilakukan menggunakan HCl yang merupakan asam kuat dapat melepaskan pengotor-pengotor pada abu sekam padi dan menghasilkan silika dengan kemurnian tinggi (Rostika dkk., 2020). Proses ini menyebabkan reaksi dekomposisi yang dijabarkan pada persamaan II.5.

Lima puluh gram abu sekam padi diekstraksi dengan 100 mL NaOH untuk memperoleh natrium silikat yang berperan sebagai prekursor dalam pembentukan silika gel menghasilkan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  seperti reaksi pada **Gambar II.8**. Natrium silikat kemudian direaksikan dengan HCl 1 M tetes demi tetes hingga pH 7 menghasilkan silika gel dengan reaksi pada **Gambar II.9**.



Pembentukan natrium silikat dipengaruhi oleh elektronegativitas atom pada unsur  $\text{SiO}_2$  dan NaOH yang terdisosiasi membentuk ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{OH}^-$ . Atom O memiliki elektronegativitas lebih tinggi daripada Si, sehingga Si bersifat lebih elektropositif dan membentuk *intermediet*  $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$ . *Intermediet* ini menyebabkan reaksi dehidrogenasi sebab  $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$  bersifat tidak stabil, sehingga ion  $\text{OH}^-$  akan berikatan dengan H dan membentuk  $\text{H}_2\text{O}$  sedangkan ion  $\text{Na}^+$  akan menyetarakan muatan dari  $\text{SiO}_3^{2-}$  dan membentuk  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (Trivana dkk., 2015).

Reaksi **IV.7** menunjukkan pembentukan silika gel akibat penambahan HCl dan natrium silikat yang mengalami proses *aging* selama 24 jam. Proses ini dipengaruhi oleh besarnya kuantitas HCl yang mengakibatkan kenaikan ikatan siloksan oleh sebab itu semakin banyak HCl dalam larutan natrium silikat maka semakin banyak gel yang terbentuk. Ikatan siloksan (Si-O-Si) yang terbentuk menunjukkan proses kondensasi metode sol gel dengan mekanisme  $\text{SN}_2$ , ikatan siloksan dapat terbentuk oleh ikatan silanol (Si-OH) yang diserang oleh nukleofil ion silikat dalam proses hidrolisis yang terjadi sebelumnya seperti mekanisme pada persamaan **II.8** (Trivana dkk., 2015).

Ikatan-ikatan siloksan (Si-O-Si) terus terbentuk hingga membentuk polimer-polimer dan menyebabkan pelepasan H<sub>2</sub>O bersamaan dengan proses kondensasi yang terjadi. Proses kondensasi menghasilkan padatan gel berwarna putih yang selanjutnya didestruksi dan dibilas dengan aquades untuk menghilangkan kontaminan. Setelah itu, gel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C dalam kurun waktu 5 jam. Silika gel yang sudah kering tersebut kemudian dihaluskan menggunakan alu dan mortar hingga berbentuk serbuk, lalu serbuk silika diayak menggunakan ayakan 100 mesh untuk mendapatkan silika dengan ukuran yang seragam.

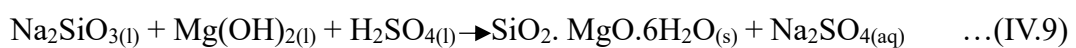
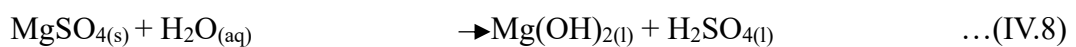
#### **IV.2 Hasil Sintesis SiO<sub>2</sub>-MgO**

Sintesis SiO<sub>2</sub>-MgO dilakukan menggunakan natrium silikat sol sintesis berbahan sekam padi dan sol komersial dengan MgSO<sub>4</sub> sebagai media pembentukan MgO. SiO<sub>2</sub>-MgO dibuat untuk keperluan adsorben, maka diperlukan konsentrasi ion yang tinggi dalam senyawa untuk memudahkan interaksi dengan ion logam adsorbat, MgSO<sub>4</sub> dipilih karena memiliki konsentrasi ion Mg<sup>2+</sup> dan O<sup>2-</sup> yang tinggi (Zhang dkk., 2022).

Sifat antar material berbeda antara satu dengan satu dengan yang lainnya, seperti pada SiO<sub>2</sub> yang memiliki perbedaan sifat ketika dibentuk menjadi oksida SiO<sub>2</sub>-MgO. Pembentukan SiO<sub>2</sub>-MgO meningkatkan kekuatan situs aktif sehingga memberikan peningkatan kapasitas adsorpsi dibandingkan dengan SiO<sub>2</sub> (Takagi dkk., 1993). Situs aktif pada SiO<sub>2</sub>-MgO difokuskan pada gugus hidroksil (OH) dari ikatan silanol (Si-OH). Gugus hidroksil (OH) diperoleh dari ikatan silanol (Si-OH) pada SiO<sub>2</sub> serta pada saat pelarutan MgSO<sub>4</sub> sebagai bahan pembutan MgO menjadi

$\text{Mg}(\text{OH})_2$  (Aysa-Martínez dkk., 2021). Ion  $\text{Mg}^{2+}$  dalam  $\text{MgO}$  menghidrasi ion  $\text{SiO}_2$  untuk membentuk gugus hidroksil ( $\text{OH}$ ) yang terikat dalam ikatan silanol ( $\text{Si-OH}$ ) pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  (Urashima dkk., 2020). Selain itu, ion  $\text{Mg}^{2+}$  berperan dalam proses adsorpsi di mana ion  $\text{Mg}^{2+}$  dalam  $\text{MgO}$  meningkatkan kebasaan pada situs aktif  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dan mendorong  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  untuk berinteraksi dengan ion logam pada adsorbat (Hiremath dkk., 2020).

Sintesis  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dilakukan dengan memvariasikan sumber sol silika untuk memperoleh karakteristik adsorben serta kemampuan adsorpsi logam  $\text{Pb(II)}$  oleh adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dari natrium silikat sintesis dan natrium silikat komersial.  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis menunjukkan gelasi setelah mengalami proses *aging* selama 24 jam, berbeda dengan  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial yang mengalami gelasi secara langsung dalam waktu yang sangat cepat. Penambahan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dalam  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  mendorong pembentukan gel yang menandakan terbentuknya  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  seperti pada persamaan **IV.9**, hal ini dipengaruhi oleh sifat  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang memiliki kemudahan mengalami gelasi (Afriyie dkk., 2013). Proses ini menunjukkan reaksi **IV.8** dan **IV.9** berikut:



Melaui pengujian FTIR pada **Gambar IV.13**,  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  mengandung ikatan siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ), ikatan-ikatan siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) tersebut terus terbentuk hingga membentuk polimer dan menyebabkan pelepasan  $\text{H}_2\text{O}$  bersamaan dengan proses kondensasi yang terjadi. Proses kondensasi menghasilkan padatan gel berwarna putih yang selanjutnya dibilas dengan aquades untuk menghilangkan

kontaminan. Setelah itu, gel dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 700°C selama 5 jam, oksida SiO<sub>2</sub>-MgO perlu dikalsinasi dengan tujuan untuk menghilangkan sisa air dan beberapa senyawa organik yang terkandung serta menghasilkan produk berbentuk serbuk.

Hasil dari proses ini diperoleh SiO<sub>2</sub>-MgO dari sol sintesis sebanyak 1,8 g dan SiO<sub>2</sub>-MgO dari sol komersial sebanyak 3,1 g. Massa SiO<sub>2</sub>-MgO yang dihasilkan dari sol komersial lebih banyak daripada SiO<sub>2</sub>-MgO dari sol sintesis yang berbahan dasar sekam padi, hal ini dikarenakan perbedaan fasa dari natrium silikat, natrium silikat sol komersial berfasa *liquid* sebagai cairan yang sangat kental cenderung mudah mengalami gelasi sehingga menghasilkan produk yang lebih banyak daripada natrium silikat sol sintesis yang tidak kental.

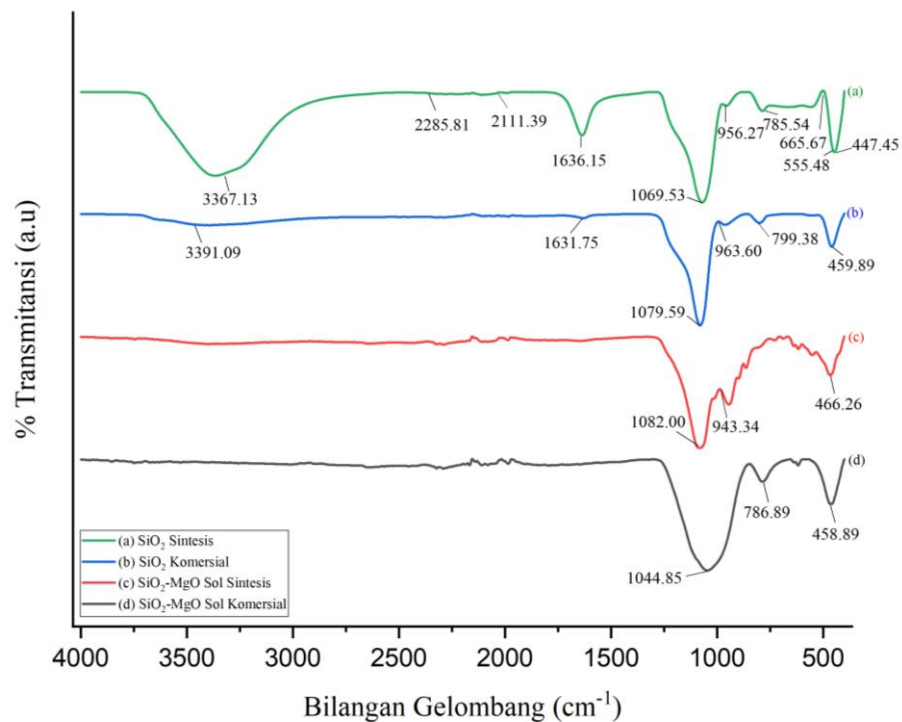
### IV.3 Hasil Karakterisasi

Senyawa SiO<sub>2</sub>-MgO hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM-EDX, dan GSA. Hasil karakterisasi dijabarkan sebagai berikut.

#### IV.3.1 Hasil Karakterisasi SiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub>-MgO dengan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Hasil sintesis SiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub>-MgO dalam penelitian ini dikarakterisasi dengan FTIR untuk memastikan bahwa terdapat gugus-gugus fungsi yang seharusnya ada senyawa. Umumnya gugus siloksan (Si-O-Si) adalah gugus yang terdapat pada SiO<sub>2</sub> (Suryadi, 2021), sedangkan gugus utama pada senyawa SiO<sub>2</sub>-MgO adalah Si-O-Mg (Ciesielczyk dkk., 2016). Hasil pengujian FTIR terhadap SiO<sub>2</sub> hasil sintesis, SiO<sub>2</sub> komersial, SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis, dan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial ditunjukkan pada **Gambar IV.13**, sedangkan data gugus-gugus fungsi

disimpulkan pada **Tabel IV.1** untuk  $\text{SiO}_2$  sol sintesis dan  $\text{SiO}_2$  sol komersial serta **Tabel IV.2** untuk  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis, dan  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial.



**Gambar IV.13** Spektra FTIR (a)  $\text{SiO}_2$  sol sintesis; (b)  $\text{SiO}_2$  sol komersial; (c)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis; (d)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial

Penelitian ini memfokuskan gugus fungsi utama pada  $\text{SiO}_2$  yaitu gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan gugus siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ ) dan gugus fungsi utama pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  yaitu gugus silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan gugus  $\text{Si-O-Mg}$  (Sulastrri, 2009) dan (Ciesielczyk dkk., 2016). Observasi spektra FTIR diatas menunjukkan intensitas yang kuat dari gugus siloksan ( $\text{Si-O-Si}$ )  $\text{SiO}_2$  sintesis pada bilangan gelombang  $1069,53 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi ulur, bilangan gelombang  $1079,59 \text{ cm}^{-1}$  pita vibrasi tekuk  $\text{SiO}_2$  komersial,  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis menunjukkan vibrasi tekuk gugus siloksan pada bilangan gelombang  $1082 \text{ cm}^{-1}$ , dan ditunjukkan juga oleh  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial dengan vibrasi ulur pada bilangan gelombang  $1044,85 \text{ cm}^{-1}$ .

Gugus utama dari  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  menunjukkan puncak Si-O-Mg dengan intensitas yang lemah pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis dan komersial yaitu pada bilangan gelombang  $466,26\text{ cm}^{-1}$  dengan pita vibrasi tekuk dan pita vibrasi ulur pada  $458,89\text{ cm}^{-1}$ . Dari keempat jenis senyawa tersebut, terlihat adanya gugus silanol (Si-OH) yang muncul dengan intensitas yang kuat pita vibrasi ulur pada bilangan gelombang  $956,27\text{ cm}^{-1}$  dan intensitas yang lemah pada bilangan gelombang  $785,54\text{ cm}^{-1}$  dan  $665,67\text{ cm}^{-1}$  dengan pita vibrasi tekuk pada  $\text{SiO}_2$  sintesis. Bilangan gelombang  $963,60\text{ cm}^{-1}$  dan bilangan gelombang  $799,38\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan intensitas yang lemah gugus silanol (Si-OH) dengan pita vibrasi ulur dari  $\text{SiO}_2$  komersial. Gugus silanol (Si-OH) menunjukkan pita vibrasi ulur dengan intensitas yang lemah bilangan gelombang  $943,34\text{ cm}^{-1}$  dari  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis dan bilangan gelombang  $458,98\text{ cm}^{-1}$  dari  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial. Puncak-puncak yang menunjukkan gugus silanol (Si-OH) tersebut mengidentifikasi bahwa adanya gugus hidroksil (OH) pada senyawa yang mampu berperan dalam proses adsorpsi.

**Tabel IV.1** Perbandingan spektra bilangan gelombang FTIR  $\text{SiO}_2$  sintesis dengan  $\text{SiO}_2$  komersial

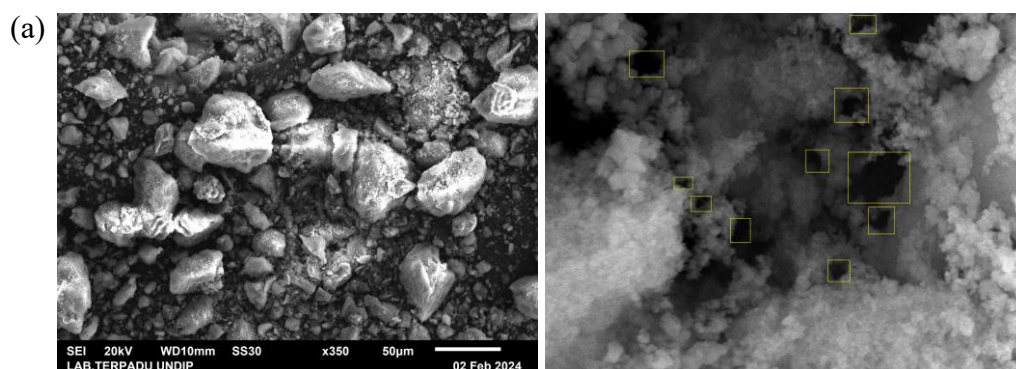
No	Silika sol sintesis			Silika sol komersial		
	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Referensi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Referensi
1	1069,53	Si-O-Si	(Rahman & Sedyadi, 2020b)	1079,59	Si-O-Si	(Rahman & Sedyadi, 2020b)
2	956,27	Si-OH	(Tessema dkk., 2024)	963,60	Si-OH	(Tessema dkk., 2024)
3	785,54	Si-OH	(Yoro dkk., 2024)	799,38	Si-OH	(Yoro dkk., 2024)
4	665,67	Si-OH	(Yoro dkk., 2024)			

**Tabel IV.2** Perbandingan spektra bilangan gelombang FTIR SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dengan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial

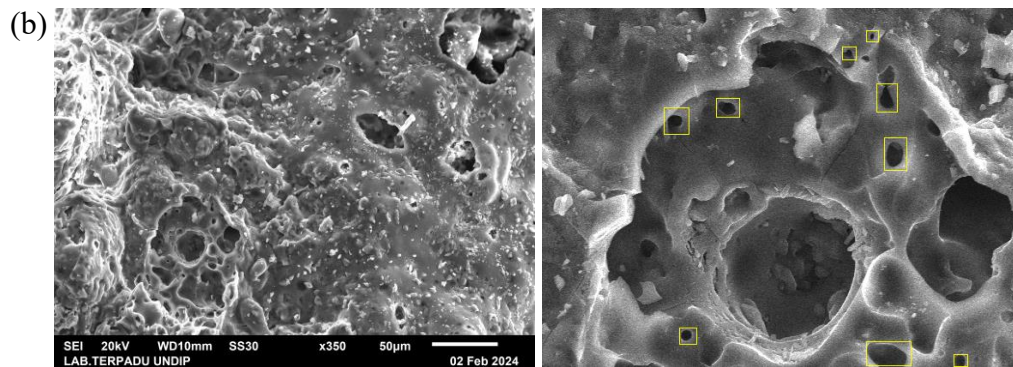
No	SiO <sub>2</sub> -MgO sol silika sintesis			SiO <sub>2</sub> -MgO sol silika komersial		
	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus fungsi	Referensi	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus fungsi	Referensi
1	1082	Si-O-Si	(Rahman & Sedyadi, 2020b)	1044,85	Si-O-Si	(Rahman & Sedyadi, 2020b)
2	943,34	Si-OH	(Yoro dkk., 2024)	786,89	Si-OH	(Yoro dkk., 2024)
3	466,26	Si-O-Mg	(Hasanuddin dkk., 2022)	458,89	Si-O-Mg	(Hasanuddin dkk., 2022)

#### IV.3.2 Hasil Karakterisasi SiO<sub>2</sub>-MgO dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM EDX)

Hasil sintesis SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dan komersial dikarakterisasi dengan SEM-EDX untuk melihat perbedaan citra permukaan dan mendeteksi muatan unsur pada senyawa oksida tersebut. Melalui uji SEM, diperoleh hasil analisis dengan perbesaran 350x dan 15000x yang ditunjukkan pada **Gambar IV.14**.







**Gambar IV.14** SEM (a)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol silika sintesis & (b)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol silika komersial

Berdasarkan hasil uji SEM pada **Gambar IV.14** terlihat bahwa adanya perbedaan diameter dan distribusi pori pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol silika sintesis dan komersial. **Gambar IV.14 (a)** menunjukkan diameter pori berbentuk granular yang tidak seragam dan persebaran pori yang tidak merata pada tiap sisinya dari  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis, sementara **Gambar IV.14 (b)** yang menunjukkan keseragaman diameter pori dengan bentuk lempengan pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial dengan persebaran pori yang lebih merata.

Dengan membandingkan kedua gambar tersebut,  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dengan sumber sol silika berbeda keduanya berada diatas layer dan tidak saling menyelimuti antar partikelnya, dengan demikian  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dapat didefinisikan sebagai suatu senyawa oksida dengan permukaan pori yang ada dan dapat berperan sebagai adsorben.

Melalui pengujian EDX, diperoleh hasil yang dijadikan pada **Tabel IV.3** berikut.

**Tabel IV.3** Perbandingan kandungan unsur SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika sintesis & sol silika komersial

<i>Element</i>	<i>Atomic, %</i>	
	<b>Sol silika sintesis</b>	<b>Sol silika komersial</b>
C	36,64	9,61
O	29,77	43,62
Na	3,88	11,22
Mg	7,63	2,71
Si	16,27	31,38
S	2,66	1,46
K	0,25	-
Cu	1,10	-
Zn	0,85	-
Zr	0,95	-

**Tabel IV.3**, menunjukkan kandungan unsur dalam senyawa SiO<sub>2</sub>-MgO, dengan persentase yaitu Si 16,27%, O 29,77%, dan Mg 7,63% pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis, sedangkan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial memiliki kandungan unsur dengan persentase yaitu Si 31,38%, O 43,62%, dan Mg 2,71%. Melalui perbandingan unsur tersebut, ada perbedaan kadar Si dan Mg pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dengan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial yang disebabkan oleh faktor produksi, natrium silikat komersial hasil produksi industri memiliki kemurnian 100% sedangkan natrium silikat hasil sintesis diperoleh dari sekam padi yang merupakan limbah sehingga masih memiliki impuritas dan tidak dapat dipastikan kemurniannya. Kemurnian yang tinggi pada sol komersial mendorong senyawa tersebut untuk melakukan ikatan dengan unsur lain sehingga kadar Mg pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial lebih sedikit daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis.

Selain ketiga unsur utama tersebut, masih terdapat beberapa unsur lain seperti C dengan persentase 36,64% pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika sintesis dan C 9,61% pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika komersial. Hal ini mengindikasikan bahwa oksida SiO<sub>2</sub>-MgO tidak memiliki kemurnian 100% sebab masih mengandung unsur-unsur yang

lain selain Si, O, dan Mg. SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika komersial memiliki tingkat kemurnian yang lebih tinggi daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika sintesis.

#### IV.3.3 Hasil Karakterisasi SiO<sub>2</sub>-MgO dengan *Gas Sorption Analyzer* (GSA)

SiO<sub>2</sub>-MgO di karakterisasi dengan GSA untuk mengetahui kuantitas dari luas permukaan, ukuran, dan volume pori. Melalui uji GSA, diperoleh hasil analisis pada **Tabel IV.4** berikut.

**Tabel IV.4** Perbandingan hasil analisa GSA SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika sintesis & sol silika komersial

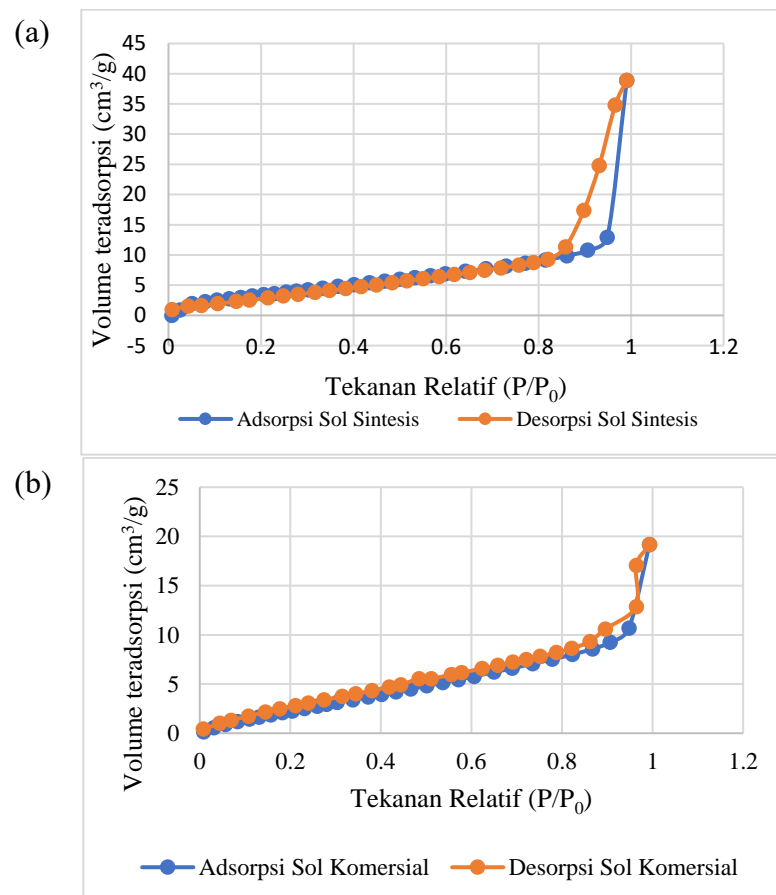
Parameter	SiO <sub>2</sub> -MgO sol sintesis	SiO <sub>2</sub> -MgO sol komersial
Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	14,217	12,615
Diameter rata-rata pori (nm)	1,130	1,260
Total volume pori (cm <sup>3</sup> /g)	6,015	2,962

Data di atas menunjukkan bahwa luas permukaan SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis lebih besar daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial. Diameter pori yang tak seragam pada **Gambar 14 (a)** memiliki besar rata-rata pori 1,130 nm, sedangkan **Gambar 14 (b)** menunjukkan distribusi pori yang merata dengan rata-rata pori lebih besar yaitu 1,260 nm. Persebaran pori ini memiliki korelasi dengan luas permukaan dan total volume pori pada oksida SiO<sub>2</sub>-MgO, SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis memiliki luas permukaan sebesar 14,217 m<sup>2</sup>/g dengan total volume pori 6,015 cm<sup>3</sup>/g, sedangkan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial memiliki luas permukaan sebesar 12,615 m<sup>2</sup>/g dengan total volume pori 2,962 cm<sup>3</sup>/g. Dapat disimpulkan bahwa oksida SiO<sub>2</sub>-MgO dalam penelitian merupakan material mesopori (Allothman, 2012).

Hasil analisa GSA menunjukkan bahwa SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis mampu mengadsorp ion logam lebih baik daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial, hal ini dapat terjadi karena besarnya diameter pori pada SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis memungkinkan

ion-ion logam lebih banyak teradsorpsi jika dibandingkan dengan diameter pori yang lebih kecil pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial. Luasnya permukaan juga mendorong proses adsorpsi sebagai tempat untuk ion-ion logam melakukan interaksi, permukaan  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial, maka dapat disimpulkan bahwa  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik daripada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial.

Hasil analisa GSA menunjukkan grafik isoterm adsorpsi-desorpsi pada **Gambar IV.15**, grafik tersebut menyatakan korelasi antara volume gas nitrogen teradsorpsi dengan tekanan relative sampel pada temperatur degass.



**Gambar IV.15** Grafik isotermal adsorpsi-desorpsi (a)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis & (b)  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol komersial

Merujuk pada IUPAC, isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dan komersial pada **Gambar IV.15 (a)** dan **(b)** tergolong ke dalam isothermal tipe IV, hubungan ini juga dinyatakan dengan *hysteresis* tipe H<sub>3</sub>. Material dengan *hysteresis* tipe H<sub>3</sub> terjadi pada temperatur degrass suhu 77,3 K sehingga menghasilkan kemiringan seperti pada **Gambar IV.15** diatas. Munculnya *hysteresis* tersebut menandakan bahwa terdapat perbedaan kuantitas zat yang teradsorps dan saat proses desorpsi (Lovrić, 2024).

#### IV.4 Hasil Uji Kemampuan Adsorpsi Logam Pb(II)

SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial hasil sintesis dilakukan pengujian adsorpsi terhadap ion logam Pb(II) sebagaimana dengan tujuan penelitian yaitu untuk memperoleh informasi kapasitas adsorpsi logam Pb(II) oleh adsorben oksida SiO<sub>2</sub>-MgO dengan sumber natrium silikat berbeda. Penelitian ini menggunakan larutan standar ion Pb(II) dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi yaitu sampel 10; 25; 50; 100; dan 150 mg/L.

Pengujian adsorpsi dilakukan menggunakan *shaker* pada kecepatan 100 rpm dengan waktu kontak 30 menit. Masing-masing larutan standar ion Pb(II) dengan variasi konsentrasi ion sebesar 10; 25; 50; 100; dan 150 mg/L dilakukan penambahan 0,05 g adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO dari natrium silikat sintesis, SiO<sub>2</sub>-MgO dari natrium silikat komersial, SiO<sub>2</sub> sintesis dan SiO<sub>2</sub> komersial.

Larutan hasil adsorpsi kemudian ditambahkan 1 mL asam nitrat untuk menjernihkan larutan sehingga dapat memudahkan analisa kadar Pb(II) dalam instrumen tanpa matriks gangguan. Menurut Herman (2017), penambahan asam nitrat dapat membantu pembentukan Pb(II) agar mudah larut dalam sampel. Pb(II)

yang telah larut dalam sampel harus dipastikan jernih sebelum dilakukan analisa dengan AAS, karena instrumen AAS hanya dapat melakukan analisa sampel dengan wujud cair dan tanpa gangguan matriks. Adanya matriks pengganggu dalam sampel dapat menghambat kinerja instrumen (Ainna, 2013). Penambahan asam nitrat tidak menyebabkan terjadinya reaksi samping dan pembentukan produk baru, Pb tetap bertindak sebagai ion  $\text{Pb}^{2+}$  dalam  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , terlampir dalam persamaan **IV.10**.



Proses adsorpsi oleh adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dan  $\text{SiO}_2$  terjadi karena keberadaan mesopori pada adsorben. Luasnya permukaan adsorben memungkinkan terjadinya interaksi antara ion logam  $\text{Pb}(\text{II})$  dengan adsorben. Ion logam  $\text{Pb}(\text{II})$  mengalami kontak dengan permukaan adsorben yang menyebabkan ion  $\text{Pb}(\text{II})$  terikat kuat dengan situs aktif Mg. Interaksi pada permukaan ini dapat terjadi karena adanya perbedaan jari-jari ion  $\text{Mg}(\text{II})$  dan  $\text{Pb}(\text{II})$  sehingga memungkinkan terjadinya pengikatan antar ion pada permukaan adsorben (Y. Li dkk., 2023).

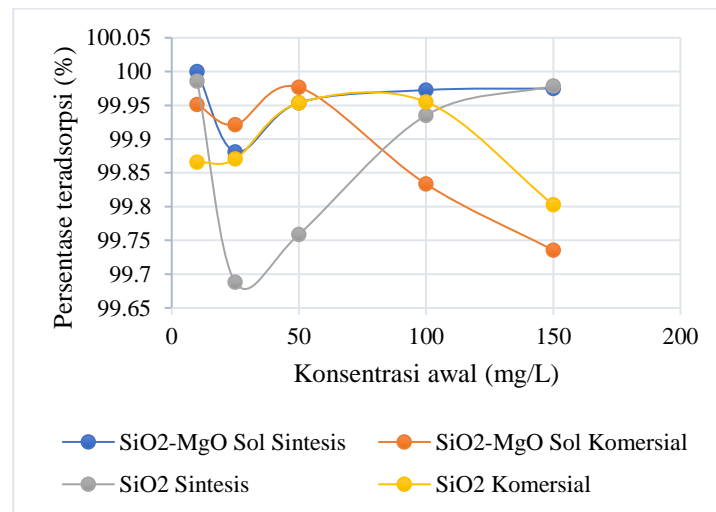
Selain itu, adanya gugus hidroksil (OH) dari ikatan silanol (Si-OH) memberikan situs peningkatan dalam adsorpsi. Gugus hidroksi (OH) bersifat reaktif terhadap ion  $\text{Pb}(\text{II})$  sehingga mengikat ion logam  $\text{Pb}(\text{II})$  dalam interaksi molekuler pada permukaan adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  (Aysa-Martínez dkk., 2021). Hal ini menunjukkan bahwa pelarutan  $\text{MgSO}_4$  membentuk produk  $\text{MgO}$  dalam adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  tidak menghilangkan ikatan silanol (Si-OH) yang mengandung gugus hidroksil (OH) seperti yang ditunjukkan oleh **Gambar IV.13** dan **Gambar IV.14**. Proses penyerapan ion logam  $\text{Pb}(\text{II})$  pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  digambarkan pada mekanisme **Gambar II.1**.

Adsorben  $\text{SiO}_2$  dapat melakukan proses adsorpsi namun memiliki kelemahan yaitu cenderung membentuk aglomerat yang dapat mengurangi luas permukaan, namun dalam penelitian ini adsorben  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  memiliki kemampuan adsorpsi yang sama seperti  $\text{SiO}_2$  tunggal.  $\text{MgO}$  memiliki sifat mekanik maksimum seharusnya dapat meningkatkan stabilitas permukaan  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dan mencegah aglomerasi (Sugiura dkk., 1995) dan (Shah dkk., 2022), namun penambahan  $\text{MgO}$  menyebabkan penutupan pori pada permukaan sehingga kemampuan adsorpsi yang dimiliki tidak berbeda antar adsorben.

Perbedaan sifat antar adsorben mempengaruhi kinerja atau kontak antara adsorben dengan adsorbat. Hal ini dapat dilihat dari hasil pengukuran AAS yang menunjukkan besar absorbansi berbeda tiap sampelnya, absorbansi tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dan efisiensi adsorpsi. Setelah melalui perhitungan, diperoleh hasil pengukuran dari variasi adsorben terhadap kapasitas teradsorpsi pada **Tabel IV.5**, sementara hasil pengukuran dari variasi adsorben terhadap persentase teradsorpsi pada **Gambar IV.16**.

**Tabel IV.5** Perbandingan hasil pengukuran adsorpsi  $\text{SiO}_2$  sol sintesis dan sol komersial dengan  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  sol sintesis dan sol komersial

Konsentrasi awal (ppm)	Kemampuan adsorpsi (mg/g)			
	$\text{SiO}_2$ sol sintesis	$\text{SiO}_2\text{-MgO}$ sol sintesis	$\text{SiO}_2$ sol komersial	$\text{SiO}_2\text{-MgO}$ sol komersial
10	2,999	3	2,995	2,998
25	7,476	7,491	7,490	7,494
50	14,963	14,993	14,993	14,996
100	29,980	29,991	29,986	29,950
150	44,990	44,988	44,911	44,880



**Gambar IV.16** Kurva hasil adsorpsi Pb(II) dari variasi adsorben terhadap (a) kemampuan adsorpsi & (b) persentase teradsorpsi

**Gambar IV.16 (a)** menunjukkan hasil kemampuan adsorpsi oleh masing-masing adsorben dari tiap konsentrasi sampel. Hasil ini menunjukkan tren penyerapan adsorpsi di mana semakin tinggi konsentrasi adsorbat maka semakin banyak ion Pb(II) yang teradsorpsi yang dinyatakan dengan garis linear. Dengan membandingkan adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO dengan SiO<sub>2</sub>, terdapat perbedaan kemampuan adsorpsi yang dihasilkan. Adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dan SiO<sub>2</sub> sintesis menunjukkan peningkatan kemampuan adsorpsi pada konsentrasi adsorbat 10; 25; 50; dan 100 mg/L, sedangkan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial dan SiO<sub>2</sub> komersial menunjukkan peningkatan kemampuan adsorpsi hanya pada konsentrasi adsorbat 10; 25; dan 50 mg/L. Kemampuan adsorpsi yang diperoleh memberikan kesimpulan bahwa adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih besar yaitu rentang 3 hingga 44,9 mg/g daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial yang memiliki besar kemampuan adsorpsi 2,9 hingga 44,8 mg/g.



**Gambar IV.16 (b)** memberikan grafik efisiensi adsorpsi masing-masing adsorben dari konsentrasi terendah hingga konsentrasi tinggi yaitu 10; 25; 50; 100; dan 150 mg/L. Tren efisiensi adsorpsi menjelaskan bahwa semakin besar konsentrasi adsorbat maka semakin banyak pula ion-ion Pb(II) yang mengisi situs kosong pada SiO<sub>2</sub>-MgO untuk mencapai titik jenuh. Namun, dalam penelitian ini diperoleh ketidakteraturan kenaikan persentase adsorpsi yang terjadi pada adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis, SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial, dan SiO<sub>2</sub> sintesis pada konsentrasi 50; 100; dan 150 mg/L, serta SiO<sub>2</sub> komersial pada konsentrasi 10; 25; dan 50 mg/L. Persentase optimum hanya teruji konsentrasi adsorbat 10; 25; 100; dan 150 mg/L menggunakan adsorben SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis, SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial, dan SiO<sub>2</sub> sintesis. Sedangkan SiO<sub>2</sub> komersial menunjukkan persentase optimum pada konsentrasi 100 dan 150 mg/L. Hasil ini memberikan kesimpulan bahwa dengan penambahan SiO<sub>2</sub> dalam MgO memberikan hasil adsorpsi yang lebih baik daripada adsorpsi yang hanya menggunakan adsorben SiO<sub>2</sub>.

Kapasitas penyerapan adsorbat juga dipengaruhi oleh distribusi pori adsorben. SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis memiliki pori yang tidak seragam seperti pada **Gambar IV.14 (a)**, sehingga luas permukaan setiap sisinya tidak sama dan menyebabkan penyerapan ion Pb(II) lebih lambat, sedangkan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial seperti pada **Gambar IV.14 (b)** menunjukkan pori yang seragam di berbagai titik yang menyebabkan SiO<sub>2</sub>-MgO cepat jenuh, oleh karena itu kemampuan adsorpsi dari SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis lebih banyak mengalami kenaikan daripada SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial.

#### IV.4.1 Isoterm Adsorpsi

Pendekatan stoikiometri dilakukan untuk mengetahui jenis isoterm adsorpsi yang terjadi. Hal ini dapat menggambarkan interaksi yang terjadi pada sampel yang teradsorpsi oleh adsorben sehingga dapat ditentukan bagaimana layer penyerapan adsorbat nya. Penelitian ini menggunakan 2 model isoterm yang lazim digunakan yaitu isoterm langmuir dan isoterm freundlich.

Untuk menentukan model isoterm adsorpsi, dipergunakan model regresi linear. Data hasil adsorpsi yang diperoleh akan menunjukkan koefisien determinasi ( $R^2$ ) yang dapat menentukan model isoterm adsorpsi. Koefisien determinasi hasil uji adsorpsi tercantum pada **Tabel IV.6** berikut:

**Tabel IV.6** Hasil uji isoterm langmuir dan freundlich adsorpsi Pb(II)

Adsorben	$R^2$	
	Isoterm Langmuir	Isoterm Freundlich
SiO <sub>2</sub> sol sintesis	0,8738	0,3924
SiO <sub>2</sub> sol komersial	0,8012	0,6810
SiO <sub>2</sub> -MgO sol silika sintesis	0,7250	0,5456
SiO <sub>2</sub> -MgO sol silika komersial	0,8807	0,8369

Berdasarkan tabel di atas, dapat ditentukan bahwa adsorben SiO<sub>2</sub> sintesis, SiO<sub>2</sub> komersial, SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis, dan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial menggunakan persamaan adsorpsi isoterm langmuir. Penentuan jenis isoterm dilihat dari nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ), diantara keempat adsorben persamaan langmuir menghasilkan koefisien determinasi ( $R^2$ ) nilai lebih besar Azizian & Eris (2021) freundlich.

Azizian & Eris (2021) menyatakan bahwa model isoterm langmuir menggambarkan adsorpsi secara kimia yang mana terjadi ketika ion-ion dalam molekul teradsorpsi pada adsorben dengan energi adsorpsi yang serupa yang terjadi

pada mono lapisan. Sehingga dengan demikian  $\text{SiO}_2$  sintesis,  $\text{SiO}_2$  komersial,  $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$  sol sintesis, dan  $\text{SiO}_2$ - $\text{MgO}$  sol komersial diketahui memiliki tingkat energi adsorpsi yang sama, interaksi yang kuat antara adsorben dengan adsorbat, dan kinerja adsorpsi yang dihasilkan dinyatakan homogen, oleh karena dari itu hasil adsorpsi yang diperoleh cukup maksimal di mana terjadi kenaikan kapasitas adsorpsi oleh tiap adsorbennya.