

Skripsi

**MODIFIKASI SILIKA MESOPORI MCM-48 DENGAN GUGUS TIOL
UNTUK ADSORPSI ION Pb(II)**

**RESKY DWIYANA PUSPITA MUSTAFA
H 311 12 101**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR**

2016

**MODIFIKASI SILIKA MESOPORI MCM-48 DENGAN GUGUS TIOL
UNTUK ADSORPSI ION Pb(II)**

*Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana sains*

Oleh:

RESKY DWIYANA PUSPITA MUSTAFA

H 311 12 101



MAKASSAR

2016

SKRIPSI

**MODIFIKASI SILIKA MESOPORI MCM-48 DENGAN GUGUS TIOL
UNTUK ADSORPSI ION Pb(II)**

Disusun dan diajukan oleh

**RESKY DWIYANA PUSPITA MUSTAFA
H 311 12 101**

Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh :

Pembimbing Utama



**Dr. Paulina Taba, M.Phill
NIP. 19571115 1988 10 2 001**

Pembimbing Pertama



**Drs. L. Musa Ramang, M.Si
NIP. 19590227 198702 1 001**

Semua perbedaan dari kita adalah keindahan.

Kita terlihat punya kelebihan, hanya karena orang lain punya kekurangan.

Begitu pula sebaliknya.

*Tidak ada yang benar-benar lebih bodoh atau lebih pintar, sebab hal itu
relatif.*

Kita hanya akan menjadi sempurna karena hadirnya orang lain.

Orang pintar bisa gagal.

Orang hebat bisa jatuh.

Orang kuat bisa kalah.

Jetapi,

Orang yang rendah hati dalam segala hal akan selalu mendapat kemuliaan



PRAKATA

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillah Rabbil Alamin, segala puji bagi Allah swt. Tuhan semesta alam yang telah memberikan segala nikmat kesehatan, kekuatan serta kesabaran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan Gugus Tiol untuk Adsorpsi ion Pb(II)” sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana pada Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin. Rasa syukur yang tak terhingga kepada Allah swt. Atas segala hidayah dan karunia yang penulis dapatkan, semoga segala aktivitas dan produktivitas penulis mendapatkan limpahan rahmat dari Allah swt.

Penulis menyadari bahwa terlaksananya skripsi tidak lepas dari bantuan, dukungan, dan doa dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan terima kasih yang tiada tara yang penulis persembahkan kepada kedua orang tua tercinta, ayahanda Drs. H. Mustafa Hadele dan ibunda Hj. Yanti Jayapritanty Lukas atas semua doa yang terlantun dari mereka, kasih sayang, kesabaran, kegigihan, serta pengorbanan dalam membesarkan dan mendidik penulis hingga saat ini. Terima kasih pula kepada saudaraku Indah Indriyani Mustafa yang telah memberikan semangat, motivasi, dukungan, dan bantuannya.

Kemudian penulis juga menghanturkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu **Dr. Paulina Taba, M.Phil** dan Bapak **Drs. L. Musa Ramang, M.Si** selaku pembimbing utama dan pertama yang telah dengan bersabar dalam memberikan arahan maupun bimbingan kepada penulis selama penyusunan

demi penyempurnaan skripsi ini. Terima kasih untuk segala yang terbaik yang telah diberikan kepada penulis.

2. Ibu **Dr. Seniwati Dali, M.Si**, Bapak **Drs. F.W. Mandey, M.Sc**, dan Bapak **Dr. Syaharuddin Kasim, M.Si** selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan dalam penulisan skripsi ini.
3. Bapak **Dr. Ir. Prastawa Budi, M.Sc** selaku Kepala Laboratorium Kimia Fisika yang telah memberikan izin pemakaian laboratorium sebagai tempat penelitian dan **Pak Sugeng** selaku analis Laboratorium Kimia Fisika yang tanpa lelah melayani sekaligus membantu peneliti selama proses penelitian. Serta, **kak Fiby** yang selalu siap membantu dalam analisis SSA.
4. Seluruh analis Laboratorium **Pak Iqbal, Pak Sugeng, Kak Linda, Ibu Tini, Kak Anty**, dan **Kak Hanna** serta **Ibu Misna** selaku kepala Perpus MIPA .
5. **M. David** dan **Harfianti Amiruddin** selaku teman peneliti terbaik yang selalu menemani suka dan duka selama penelitian. Serta para supporter **Khalil Mubarak, Kak Hendrico, Ansar Kenna, dan Ilham Haidir** yang siap menemani dalam penelitian ini.
6. Para Alayersku, **Septaria Yolan, Salmawati, Ulfa Mulia, Riska Wulandary dan Nursanti** yang selalu heboh dalam memberikan dukungan.
7. Teruntuk para peneliti kimia fisika, **Siti Masita, Rifka, Yenni, Afidatul, Ariyanugrah, rara, dua sejoli Gisella dan Widya, Abang Jefry, dan termasuk pula para alayersku, serta Asriandy dan Rusman**. Terima kasih untuk kalian yang baik hati untuk saling membantu, mengingatkan jika salah dan yang paling terpenting dalam kebersamaan selama di Laboratorium.

8. Seluruh seperjuangan **HEROES-Ku**, sangat menikmati kebersamaan bersama kalian dalam menggapai gelar wisuda selama menempuh pendidikan kimia.
9. Para posko padoang-doangan, **Natalia Rustam, Ulfa Mulia, Muslimin, Rizka Triwulandari dan Kak Adit** untuk pengalaman yang sungguh luar biasa bagi penulis.
10. Sahabat-sahabatku **Andi Rizky Ramadhani, Rika Rafika, Risky Syakina, Chindy Liem dan Amalia Safitri** yang memberikan motivasi berupa pertanyaan kapan wisudanya.
11. **Kakanda 2011** dan seluruh **Adinda 2013, 2014, 2015** dan terkhusus **2016 Agrotek**. Terima kasih atas dukungan doa dan semangatnya selama penyelesaian skripsi ini.
12. Seluruh pihak yang telah membantu yang tidak sempat dituliskan namanya.

Penulis menyadari sepenuhnya akan segala kekurangan dalam pemulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran serta arahan yang membangun guna kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Makassar, Oktober 2016

Penulis

ABSTRAK

Modifikasi silika mesopori MCM-48 dengan menggunakan senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS) berhasil dilakukan. MCM-48 dan MCM-48-SH dikarakterisasi dengan alat XRD dan FTIR. MCM-48-SH digunakan sebagai adsorben untuk ion Pb(II) dalam larutan. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi dipelajari sebagai fungsi waktu, pH, dan konsentrasi. Konsentrasi ion Pb(II) setelah adsorpsi ditentukan dengan menggunakan SSA. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu optimum yang diperoleh adalah 20 menit dan pH optimum adalah 4. Adsorpsi ion Pb(II) mengikuti orde dua semu dengan nilai tetapan laju (k_2) $0,2632 \text{ g}\cdot\text{mg}^{-1}\cdot\text{menit}^{-1}$. Adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH sesuai dengan isothermal model Langmuir dengan nilai kapasitas adsorpsi ion Pb(II) $0,1088 \text{ mmol/g}$.

Kata Kunci: Adsorpsi, 3-MPTMS, MCM-48-SH, ion Pb(II).

ABSTRACT

Modification of silica mesoporous MCM-48 by using 3-mercaptopropyltrimethoxysilane (3-MPTMS) has been successfully conducted. MCM-48 and MCM-48-SH were characterized by using XRD and FTIR. MCM-48-SH was used as adsorbent for Pb(II) ion in solution. The amount of Pb(II) ion adsorbed was studied as the function of time, pH, and concentration. The concentration of Pb(II) ion after adsorption was determined by using AAS. The result showed that the optimum time was 20 minutes and optimum pH was 4. The adsorption of Pb(II) ion followed the pseudo second order with the rate constant of $0,2632 \text{ g}\cdot\text{mg}^{-1}\cdot\text{menit}^{-1}$. Adsorption of Pb(II) ion fitted the Langmuir isotherm with the adsorption capacity of $0,1088 \text{ mmol/g}$.

Key words : Adsorption, 3-MPTMS, MCM-48-SH, Pb(II) ion.

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACK.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	4
1.3.1 Maksud Penelitian.....	4
1.3.2 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Tinjauan Umum Logam Berat Pb(II) dan Toksisitasnya.....	6
2.1.1 Penanganan Pencemaran Timbal.....	7
2.2 Adsorpsi.....	9
2.2.1 Isotermal Adsorpsi.....	10
2.2.2 Kinetika Adsorpsi.....	12
2.3 Silika Mesopori MCM-48.....	13

2.3.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-48	15
2.3.2 Modifikasi Silika Mesopori MCM-48	16
2.3.3 Karakterisasi Silika Mesopori MCM-48.....	17
2.3.4 Aplikasi Silika Mesopori MCM-48	18
2.4 Interaksi Gugus Tiol dengan Ion Pb(II)	19
2.5 Desorpsi	20
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
3.1 Bahan	21
3.2 Alat.....	21
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.4 Prosedur Kerja.....	22
3.4.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-48	22
3.4.2 Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan 3-MPTMS	23
3.4.3 Pembuatan Larutan Baku Pb(NO ₃) ₂ 10.000 ppm.....	23
3.4.4 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi.....	23
3.4.5 Penentuan pH Optimum Adsorpsi	24
3.4.6 Penentuan Kapasitas Adsorpsi	24
3.4.7 Analisis FTIR	25
3.4.8 Analisis XRD	25
3.4.9 Desorpsi Ion Pb(II) dari MCM-48-SH.....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Sintesis dan Karakterisasi MCM-48 dan MCM-48-SH.....	27
4.1.1 Karakterisasi XRD	27
4.1.2 Karakterisasi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	29

4.2	Penentuan Waktu Optimum MCM-48-SH	31
4.2.1	Studi Kinetika	32
4.3	Penentuan pH Optimum.....	34
4.4	Kapasitas Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	35
4.5	Desorpsi Ion Pb(II) dari MCM-48-SH.....	35
4.6	Karakterisasi FTIR Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	39
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		41
5.1	Kesimpulan	41
5.2	Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA		42
LAMPIRAN		48

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Kerangka Struktur MCM-41, MCM-48 dan MCM-50.....	14
2. Persamaan Reaksi Gugus Silanol dari MCM-48 dengan 3-MPTMS	19
3. Persamaan Reaksi Ion Pb(II) dengan Adsorben MCM-48-SH.....	20
4. Pola XRD MCM-48.....	28
5. FTIR MCM-48 Sebelum Pencucian dan Setelah Pencucian	29
5. FTIR MCM-48 Setelah Pencucian dan MCM-48-SH	30
7. Jumlah Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH Sebagai Fungsi Waktu	31
8. Kinetika Adsorpsi Berdasarkan Persamaan Orde Satu Semu.....	32
9. Kinetika Adsorpsi Berdasarkan Prsamaan Orde Dua Semu.....	33
10. Jumlah Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH Sebagai Fungsi pH.....	34
11. Jumlah Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH Sebagai Fungsi Konsentrasi.....	35
12. Isotermal Langmuir Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.....	36
13. Isotermal Freundlich Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.....	36
14. Desorpsi Ion Pb(II) dari MCM-48-SH	38
15. FTIR MCM-48-SH dan MCM-48-SH-Pb	39

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kapasitas Adsorpsi Ion Pb(II) pada Berbagai Adsorben	8
2. Kinetika Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.....	33
3. Data Parameter Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH Berdasarkan Persamaan Isotermal Langmuir dan Freundlich	37

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja Sintesis Silika Mesopori MCM-48	47
2. Skema Kerja Modifikasi Silika Mesopori MCM-48	49
3. Skema Kerja Proses Adsorpsi untuk Penentuan Waktu Optimum	50
4. Skema Kerja Proses Adsorpsi untuk Penentuan pH Optimum	51
5. Skema Kerja Penentuan Kapasitas Adsorpsi	52
6. Skema Kerja Desorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	53
7. Kurva Standar Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	54
8. Kurva Standar Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	55
9. Kurva Standar Pengaruh Kapasitas Adsorpsi Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	56
10. Data Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	57
11. Data Kinetika Adsorpsi Orde Satu Semu dan Orde Dua Semu Terhadap Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	58
12. Data Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	60
13. Data Pengaruh Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH	61
14. Perhitungan Pembuatan Larutan Ion Pb(II) 10.000 ppm	65

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

b	= Energi adsorpsi berdasarkan isothermal Langmuir
C_e	= Konsentrasi kesetimbangan larutan ion logam
C_o	= Konsentrasi awal larutan ion logam
CTAB	= Setiltrimetilamonium bromida
CTACl	= Setiltrimetilamonium klorida
FTIR	= Fourier Transform Infra Red
HSAB	= Hard Soft Acid Base
K_f	= Kapasitas adsorpsi berdasarkan isothermal Freundlich
MCM	= Mobil Chrystalline of Material
3-MPTMS	= 3-merkaptopropiltrimetoksisilan
m	= Banyaknya adsorben yang digunakan
n	= Intensitas adsorpsi berdasarkan isothermal Freundlich
NMR	= Nuclear Magnetic Resonance
pH	= Derajat keasaman
q_e	= Jumlah zat yang diadsorpsi
Q_o	= Kapasitas adsorpsi berdasarkan isothermal Langmuir
SEM	= Scanning Electron Microscopy
SSA	= Spektrofotometer Serapan Atom
TEOS	= Tetraetilortosilikat
XRD	= X-Ray Diffraction

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri yang semakin pesat tidak hanya memberikan dampak positif bagi masyarakat, namun dapat juga berdampak negatif bagi lingkungan seperti pembuangan limbah industri khususnya elektoplating yang mengandung logam berat di perairan. Logam berat bersifat toksik dan karsinogenik bagi tubuh manusia sehingga keberadaannya di perairan meskipun dalam jumlah yang kecil sangat berbahaya (Kurniasari dkk., 2012; Priadi dkk., 2014).

Timbal merupakan salah satu logam berat yang bersifat *non-biodegradable* di lingkungan (Sahu dkk., 2013). Timbal yang terakumulasi dalam tubuh dapat menyebabkan kerusakan jaringan saraf, fungsi ginjal, sistem reproduksi, sistem endoktrin, jantung, gangguan pada otak anak yang dapat mengganggu kecerdasan dan mental serta dapat juga berdampak pada gangguan menstruasi, depresi, sakit kepala, lesu, gangguan konsentrasi, daya ingat, dan gangguan tidur (Widowati dkk., 2008). Selain itu, timbal dapat menimbulkan efek toksik pada manusia terutama apabila telah melebihi ambang batas, sehingga Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 51 (2004) menetapkan bahwa nilai ambang batas pada air laut untuk timbal adalah 0,008 ppm.

Penanganan limbah logam berat telah banyak dilakukan untuk mengatasi pencemaran dan resiko keracunan bagi makhluk hidup (Blais dkk., 2000). Salah satu metode yang dapat digunakan adalah metode adsorpsi yang merupakan salah satu

proses sederhana dan cukup efektif dalam penghilangan logam berat dari limbah cair (Gupta dkk., 2006).

Metode adsorpsi umumnya berdasarkan pada interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang terdapat pada permukaan adsorben melalui pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang mengandung gugus fungsional seperti $-OH$, $-NH$, $-SH$ dan $-COOH$ (Stum dan Morgan, 1996). Beberapa adsorben dari material berpori telah dikembangkan untuk mengadsorpsi logam berat. Menurut klasifikasi IUPAC (1972), material berpori terbagi menjadi tiga bagian yang berdasarkan pada diameter porinya, yaitu material mikropori yang mempunyai diameter < 2 nm, mesopori antara 2-50 nm, dan makropori > 50 nm (Xu dkk., 2007; Alothman, 2012). Perkembangan material mesopori saat ini menjadi perhatian banyak peneliti, terutama sejak ditemukannya material mesopori M41S dari silikat atau aluminosilikat oleh para peneliti dari *Mobil Corporation United States* pada tahun 1992 (Kresge dkk., 1992 ; Sutrisno dkk., 2005). Silika mesopori ini diklasifikasikan atas beberapa jenis yaitu MCM-41 yang memiliki struktur heksagonal, MCM-48 yang memiliki struktur kubik, dan MCM-50 yang memiliki struktur *lamellar* (pipih) dan tidak stabil (Ryoo, 1997 ; Mokaya, 1999).

Salah satu silika mesopori yaitu MCM-48 dapat digunakan sebagai adsorben senyawa organik karena MCM-48 memiliki luas permukaan yang besar dan pori-pori yang teratur (Beckmann dkk., 2000). *Mobil Crystalline of Material* (MCM-48) memiliki keistimewaan dari MCM-41 dan MCM-50. Menurut Taba (2001), silika mesopori MCM-48 terdiri atas dua jaringan saluran mesopori yang membentuk sistem saluran tiga dimensi sehingga memungkinkan partikel masuk dengan mudah ke dalam material karena pori-pori tidak terbatas pada satu arah.

Permukaan silika mesopori memiliki gugus silanol dan gugus siloksan yang kurang berperan dalam proses adsorpsi ion logam sehingga modifikasi dengan menambahkan gugus fungsional aktif, akan meningkatkan efektivitas dan selektivitasnya (Sriyanti dkk., 2005). Beberapa modifikasi telah dilakukan untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi dari MCM-48. Wang dan Li (2006) telah memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan menambahkan gugus tiol (-SH) pada permukaannya untuk mengadsorpsi ion Hg(II). Taba dkk. (2013) memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan gugus tiol (-SH) untuk mengadsorpsi ion Ag(I) dan Cd(II). Kapasitas adsorpsi yang diperoleh untuk menyerap ion Ag(I) dan Cd(II) berturut-turut adalah $2,7266 \text{ mmol.g}^{-1}$ dan $0,1435 \text{ mmol.g}^{-1}$.

Berdasarkan prinsip *Hard Soft Acid Base* (HSAB), MCM-48 yang dimodifikasi dengan gugus tiol (-SH) yang bersifat basa lunak dapat mengikat ion logam berat yang bersifat asam lunak (Pearson, 1963). Tetapi tidak tertutup kemungkinan material dengan gugus tiol (-SH) berinteraksi dengan ion logam yang bersifat asam *borderline* seperti ion Pb(II) karena adanya faktor lain yang dimiliki MCM-48 yang termodifikasi gugus tiol seperti luas permukaan yang besar dan pori-pori yang teratur (Beckmann dkk., 2000).

Proses adsorpsi biasanya diikuti dengan proses desorpsi untuk mengetahui apakah adsorbat yang telah diadsorpsi dapat diperoleh kembali. Desorpsi dapat dilakukan dengan cara mengontakkan larutan pendesorpsi dengan adsorben yang telah menyerap logam. Larutan pendesorpsi dapat bersifat asam, basa, maupun netral (Sari, 2016).

Berdasarkan uraian di atas, penelitian memodifikasi MCM-48 dengan gugus tiol (-SH) dari senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS). MCM-48-SH

selanjutnya digunakan untuk mengadsorpsi ion logam Pb(II). Adsorpsi ion logam berat sangat dipengaruhi oleh pH, waktu kontak, dan konsentrasi larutan (Taba dkk., 2013). Oleh karena itu, pengaruh parameter tersebut akan dipelajari pada adsorpsi ion Pb(II) untuk mendapatkan kondisi optimum. Untuk mengetahui kemungkinan digunakannya kembali adsorben ini, studi desorpsi ion Pb(II) dari MCM-48-SH juga dilakukan.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. bagaimana modifikasi silika mesopori MCM-48 dengan senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS)?
2. berapa waktu kontak dan pH optimum adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH?
3. berapa orde kinetika adsorpsi dan tetapan laju ion Pb(II) oleh MCM-48-SH?
4. model isothermal adsorpsi apakah (Langmuir atau Freundlich) yang sesuai pada adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH?
5. berapa kapasitas adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH?
6. larutan pendesorpsi apa yang efektif untuk menarik kembali ion Pb(II) dari MCM-48-SH?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud penelitian ini adalah memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan untuk adsorpsi ion Pb(II).

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

1. memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS).
2. menentukan waktu kontak dan pH optimum adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.
3. menentukan orde kinetika adsorpsi dan tetapan laju ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.
4. menentukan model isothermal adsorpsi (Langmuir atau Freundlich) yang sesuai pada adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH.
5. menentukan kapasitas adsorpsi Pb(II) oleh MCM-48-SH.
6. menentukan larutan pendesorpsi yang efektif untuk menarik kembali ion Pb(II) dari MCM-48-SH.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pemanfaatan MCM-48-SH sebagai adsorben untuk adsorpsi ion Pb(II), serta diharapkan dapat menjadi dasar pertimbangan dalam pengolahan limbah logam berat di lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum Logam Berat Pb(II) dan Toksisitasnya

Logam berat termasuk logam pencemar yang bersifat tidak dapat diurai dan mudah diadsorpsi (Darmono, 1995). Logam berat adalah suatu logam yang mempunyai massa jenis lebih dari 5 g/cm^3 . Pada dasarnya sifat logam berat sama dengan logam-logam lainnya, tetapi berbeda pada dampak yang dihasilkan apabila logam berat membentuk ikatan atau masuk ke dalam tubuh organisme hidup (Palar, 1994). Hampir seluruh unsur logam berat bersifat sangat toksik ketika konsentrasi melebihi ambang batas yang diizinkan dalam ekosistem. Logam berat yang melebihi ambang batas dapat terakumulasi dalam tubuh dan mengganggu sistem rantai makanan sehingga menyebabkan masalah kesehatan yang cukup parah (Babel dan Kurniawan, 2004).

Beberapa logam berat yang dapat menimbulkan dampak bagi lingkungan dan bersifat toksik adalah Cr, Ag, Cd, Pb, Zn, Hg, Cu, Fe, Mo, Ni, Sn, Co, As, Al, dan Se (Blais dkk., 2000). Tingkat toksisitas dapat dikelompokkan ke dalam tiga bagian, yaitu logam dengan toksisitas tinggi, seperti Hg, Cd, Pb, Cu dan Zn; logam dengan toksisitas sedang seperti Cr, Ni dan Co; sedangkan logam yang toksisitasnya rendah yaitu Mn dan Fe (Darmono, 1995).

Timbal merupakan salah satu logam berat non esensial yang belum diketahui manfaatnya dalam tubuh dan bersifat toksik bagi makhluk hidup (Subowo dkk., 1999). Istilah logam berat digunakan karena timbal mempunyai densitas yang sangat tinggi yaitu $11,34 \text{ g/cm}^3$, jauh melebihi densitas tertinggi logam

transisi yaitu tembaga (Sugiarto dan Suyanti, 2010). Timbal yang terakumulasi dalam tubuh melalui makanan pada konsentrasi tertentu dapat menyebabkan keracunan akut. Selain itu, timbal juga dapat mempengaruhi jaringan saraf, fungsi ginjal, sistem reproduksi, sistem endoktrin, jantung, serta otak anak sehingga mengalami gangguan kecerdasan dan mental. Sedangkan paparan timbal (Pb) secara kronis berdampak pada gangguan menstruasi, depresi, sakit kepala, lesu, gangguan konsentrasi, daya ingat, dan gangguan tidur (Widowati dkk., 2008). Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No.51 (2004) menetapkan bahwa nilai ambang batas pada air laut untuk timbal adalah 0,008 ppm.

Keberadaan timbal di lingkungan dapat berasal dari berbagai sumber seperti kendaraan bermotor, limbah industri, dan limbah rumah tangga. Kontaminasi timbal di perairan dapat terjadi ketika air mengalir melalui pipa membawa limbah yang mengandung timbal dan masuk ke badan perairan atau berasal dari partikel timbal di udara yang dibawa oleh hujan. Hal tersebut dapat mengakibatkan timbal terakumulasi dalam rantai makanan sehingga dapat menjadi racun bagi manusia (Fardiaz, 1995 ; Suherni, 2010).

2.1.1 Penanganan Pencemaran Timbal

Penanganan limbah logam berat telah banyak dilakukan untuk mengatasi pencemaran dan resiko keracunan bagi makhluk hidup (Blais dkk., 2000) serta mengurangi atau menghilangkan logam berat berbahaya dari limbah industri sebelum dibuang ke perairan. Proses penghilangan logam berat dari limbah cair sudah dilakukan dengan beberapa metode seperti, pengendapan (*precipitation*) menggunakan bahan kimia, ekstraksi dengan menggunakan pelarut tertentu, pertukaran ion, osmosis balik (*reverse osmosis*), dan adsorpsi. Proses adsorpsi

merupakan proses yang sederhana tapi cukup efektif dalam penghilangan logam berat dari limbah cair (Gupta dkk., 2006).

Metode adsorpsi umumnya berdasarkan pada interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang terdapat pada permukaan adsorben melalui pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang mengandung gugus fungsional seperti $-OH$, $-NH$, $-SH$ dan $-COOH$ (Stum dan Morgan, 1996). Setiap adsorben memiliki kapasitas adsorpsi yang berbeda-beda. Adsorpsi ion $Pb(II)$ pada perairan telah banyak dilakukan dengan menggunakan berbagai jenis adsorben dengan kapasitas adsorpsi yang berbeda-beda. Adanya perbedaan modifikasi gugus adsorben memberikan nilai kapasitas yang berbeda-beda. Tabel 1 menunjukkan penelitian adsorpsi ion $Pb(II)$ terhadap beberapa adsorben.

Tabel 1. Kapasitas Adsorpsi Ion $Pb(II)$ pada Berbagai Adsorben

Jenis Adsorben	Kapasitas Adsorpsi ion $Pb(II)$	Referensi
Mesopori silika termodifikasi gugus amidoksim	1,370 mmol/g	Xie dkk., (2015)
Mesopori Silika termodifikasi <i>graphene</i> oksida	1,231 mmol/g	Li dkk., (2015)
Silika mesopori termodifikasi 1-alkil-3-metilimidazolium bromide	0,025 mmol/g	Ekka dkk., (2014)
MCM-41 zeolit termodifikasi abu biomassa	0,165 mmol/g	Gang dkk., (2014)
Modifikasi MCM-41 dengan gugus tiol	0,592 mmol/g	Wu dkk., (2010)

2.2 Adsorpsi

Adsorpsi secara umum dapat didefinisikan sebagai suatu interaksi antara fasa pada suatu permukaan (Estiaty, 2012). Molekul yang terjerap ke permukaan disebut adsorbat, sedangkan zat atau molekul yang menjerap disebut adsorben. Suatu bahan dapat digunakan sebagai adsorben jika mempunyai pori, rongga, ruang antar lapisan atau sisi aktif (Wahyuni dan Widiastuti, 2010). Adsorpsi terjadi melalui proses fisika berdasarkan ikatan *Van der Waals* dan ikatan hidrogen yang dikenal dengan fisisorpsi. Adsorpsi dapat juga terjadi secara kimia yang melibatkan pembentukan senyawa kimia melalui ikatan kimia yang lebih kuat dan dikenal sebagai kemisorpsi (O cik, 1982).

Proses adsorpsi meliputi dua hal penting yaitu kinetika adsorpsi dan termodinamika adsorpsi. Kinetika adsorpsi meninjau proses adsorpsi berdasarkan laju adsorpsi sedangkan pada termodinamika adsorpsi ditinjau tentang kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi yang terlibat dalam proses adsorpsi (Purwaningsih, 2009).

Menurut Sawyer dan McCarty (1987), beberapa faktor yang mempengaruhi kapasitas adsorpsi yaitu luas permukaan adsorben, ukuran partikel, waktu kontak, dan distribusi ukuran molekul adsorbat:

- a. luas permukaan adsorben, proses adsorpsi semakin efektif dimana semakin luas permukaan adsorben, semakin banyak adsorbat yang dapat diserap.
- b. ukuran partikel, semakin kecil ukuran partikel yang digunakan, semakin besar kecepatan adsorpsinya.

- c. waktu kontak merupakan salah satu faktor yang sangat menentukan dalam proses adsorpsi. Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik.
- d. distribusi ukuran pori mempengaruhi distribusi ukuran molekul adsorbat yang masuk ke dalam partikel adsorben.

2.2.1 Isotermal Adsorpsi

Isotermal adsorpsi menggambarkan suatu hubungan antara jumlah zat yang teradsorpsi dan konsentrasi larutan dalam sistem kesetimbangan (Purwaningsih, 2009). Pada suhu tetap, isotermal adsorpsi menggambarkan suatu proses distribusi antara fase cair dan fase padat (Nwabanne dan Igbokwe, 2008). Adsorben dan adsorbat memiliki kesetimbangan adsorpsi (Darmono, 2001). Kesetimbangan adsorpsi merupakan suatu keadaan kesetimbangan yang tercapai ketika laju partikel yang teradsorpsi ke permukaan sama dengan laju desorpsinya. Model isotermal yang biasa digunakan dan dikenal dalam sistem adsorpsi adalah persamaan isotermal Langmuir dan Freundlich (Estiaty, 2012).

a. Isotermal Adsorpsi Langmuir

Isotermal Langmuir diasumsikan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum terjadi karena adanya lapisan tunggal (*monolayer*) adsorbat di permukaan adsorben, dimana energi adsorpsi bersifat konstan dan tidak terdapat perpindahan molekul adsorbat pada permukaan (Kumar dan Kirthika, 2009). Isotermal Langmuir menggunakan pendekatan kinetika, yaitu kesetimbangan terjadi apabila kecepatan adsorpsi sama dengan kecepatan desorpsi. Asumsi yang digunakan pada persamaan Langmuir adalah sebagai berikut (Al-Duri, 1995):

- a. adsorpsi terjadi secara kimia.
- b. adsorben memiliki tingkat energi yang sama sehingga afinitas molekul terjerap sama untuk setiap bagian adsorben.
- c. adsorbat terjerap oleh adsorben membentuk lapisan tunggal (*monolayer*).
- d. tidak ada interaksi antar molekul yang terjerap.
- e. molekul yang terjerap pada permukaan adsorben tidak berpindah-pindah.

Persamaan (1) isotermal Langmuir dinyatakan sebagai berikut (Namasivayam dan Radhika, 2010).

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_o b} + \frac{C_e}{Q_o} \quad (1)$$

dimana C_e (mg/L) adalah konsentrasi kesetimbangan larutan ion logam, q_e (mg/g) adalah jumlah ion logam yang diadsorpsi, Q_o (mg/g) adalah kapasitas adsorpsi dan b (L/mg) adalah intensitas adsorpsi.

b. Isotermal Freundlich

Persamaan isotermal Freundlich mengasumsikan bahwa adsorpsi yang terjadi membentuk lapisan tunggal dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben namun sisi aktif pada permukaan adsorben bersifat heterogen, yaitu adanya perbedaan energi pengikat pada sisi aktif, dimana proses adsorpsi pada tiap sisi aktif mengikuti isotermal Langmuir (Handayani dan Sulistiyono, 2009). Model Isotermal Freundlich dinyatakan dengan persamaan (2).

$$q_e = K_f C_e^{1/n} \quad (2)$$

dimana K_f adalah faktor kapasitas adsorpsi dan n adalah faktor intensitas dengan harga n berkisar antara 1-10. Bentuk logaritma dari persamaan (2) dinyatakan menjadi persamaan (3) (Buhani dan Suharso, 2010).

$$\log q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (3)$$

2.2.2 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi memiliki tetapan laju adsorpsi (k) yang bersifat spesifik untuk setiap reaksi dan memiliki orde tertentu untuk setiap orde reaksi (Nurlamba dkk., 2010). Kinetika adsorpsi menggambarkan perubahan adsorpsi terhadap pengaruh waktu berdasarkan penentuan tetapan laju adsorpsi (Azmiyawati, 2006). Laju kinetika adsorpsi bergantung pada adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben dalam proses adsorpsi (Estiaty, 2012). Beberapa model yang cukup sederhana untuk menggambarkan kinetika adsorpsi adalah model kinetika adsorpsi orde satu semu menurut Lagergren dan model kinetika adsorpsi orde dua semu menurut Ho (Krisnawati dkk., 2013).

Lagergren menyatakan model kinetika orde satu semu dalam proses adsorpsi logam berat yang digunakan pada reaksi adsorpsi fisika yang dinyatakan pada persamaan (4),

$$\frac{dq_e}{dt} = k_1 (q_e - q_t) \quad (4)$$

dimana q_e adalah jumlah logam yang teradsorpsi per berat adsorben pada kesetimbangan (mg/g), q_t adalah jumlah logam yang teradsorpsi per berat adsorben pada waktu t (mg/g), dan k_1 adalah konstanta kecepatan adsorpsi orde satu

semu (menit^{-1}). Hasil integral persamaan pada keadaan awal dimana $q_t = 0$ dan $t = 0$ adalah persamaan linear yang dinyatakan pada persamaan (5)

$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - \left(\frac{k_1}{2,303} \right) \quad (5)$$

Sedangkan, kinetika orde dua semu yang digunakan pada reaksi adsorpsi kimia dinyatakan pada persamaan (6) (Sutardi dkk., 2011)

$$\frac{dq_e}{dt} = k (q_e - q_t)^2 \quad (6)$$

Hasil integral dinyatakan pada persamaan (7)

$$q_t = \frac{q_e^2 kt}{1 + q_e kt} \quad (7)$$

Bentuk linear dari persamaan (7) diberikan pada persamaan (8),

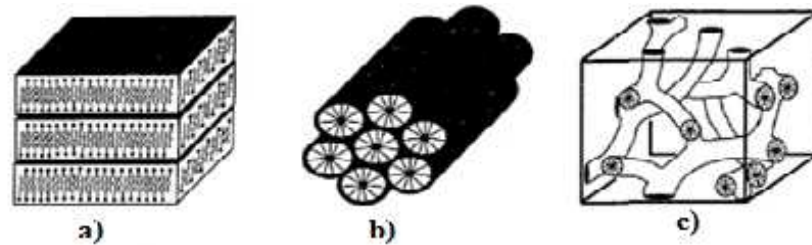
$$\frac{1}{q_t} = \frac{1}{k q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (8)$$

dimana k adalah konstanta kecepatan adsorpsi orde dua semu ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{menit}^{-1}$), q_t adalah jumlah logam yang teradsorpsi pada waktu t (mg/g), dan q_e adalah jumlah logam yang teradsorpsi pada saat kesetimbangan (mg/g).

2.3 Silika Mesopori MCM-48

Penelitian mengenai silika mesopori yang dikenal sebagai M41S telah banyak dilakukan. Silika mesopori, M41S, disintesis oleh peneliti dari *Mobil Corporation United States* pada tahun 1992 (Beck dkk., 1992). Silika mesopori ini terdiri atas beberapa jenis yaitu MCM-41 yang memiliki struktur heksagonal, MCM-48 yang memiliki struktur kubik, dan MCM-50 yang memiliki struktur *lamellar* (pipih) dan tidak stabil (Ryoo, 1999 ; Mokaya, 1999).

Material mesopori merupakan material dengan ukuran pori berkisar antara 2-50 nm. Menurut klasifikasi IUPAC (1972) material berpori terbagi menjadi tiga bagian, yaitu material mikropori mempunyai diameter < 2 nm, mesopori antara 2-50 nm, dan makropori > 50 nm (Xu dkk., 2007 ; Alothman, 2012). Gambar 1 menunjukkan kerangka struktur ketiga jenis M41S.



Gambar 1. Kerangka struktur dari material M41S, (a) MCM-50 (*layered*), (b) MCM-41 (*heksagonal*), dan (c) MCM-48 (*kubik*) (Sumber: Alothman, 2012).

Silika mesopori memiliki gugus aktif yaitu silanol (Si-OH) sehingga dapat digunakan untuk adsorpsi surfaktan kationik maupun surfaktan netral (Taba, 2001). Interaksi antara silika mesopori dengan senyawa yang mengandung gugus hidroksil, seperti surfaktan netral, disebabkan adanya ikatan hidrogen pada gugus silanol (Shintadevi, 2013). Selain itu, silika mesopori juga dapat digunakan sebagai adsorben senyawa organik dimana di dalam silika terdapat porositas dan luas permukaan yang tinggi (Beckmann dkk., 2000).

Silika mesopori MCM-48 memiliki dua jaringan saluran mesopori yang bebas dan rumit membentuk sistem saluran tiga dimensi sehingga memungkinkan partikel masuk dengan mudah ke dalam material karena pori-pori tidak terbatas pada satu arah (Taba, 2001).

2.3.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-48

Pada tahun 1992 hasil sintesis MCM-48 dan MCM-41 pertama kali dilaporkan oleh Beck (1992). Sintesis MCM-48 dan MCM-41 menggunakan empat komponen utama. Komponen utama yang digunakan dalam mensintesis MCM-48 dan MCM-41 yaitu sumber silika, surfaktan, pelarut dan katalis (asam atau basa). Perbedaan sintesis masing-masing terletak pada perbandingan molar silikon pada surfaktannya. Sintesis MCM-48 memiliki perbandingan molar silikon lebih besar dibandingkan pada sintesis MCM-41. Surfaktan yang umumnya digunakan yaitu alkiltrimetilammonium klorida/bromida. Sebagai sumber silika digunakan natrium silika atau tetraortosilikat (TEOS) dan pelarut yang digunakan biasanya air atau asam asetat (Taba, 2001). Sintesis MCM-41 dan MCM-48 telah dilakukan dan dilaporkan pada saat yang sama tetapi jumlah publikasi pada MCM-48 lebih sedikit dibandingkan MCM-41 disebabkan sintesis MCM-48 lebih sulit dibandingkan MCM-41 karena MCM-48 membutuhkan kondisi yang lebih spesifik.

Monier (1993) melaporkan metode sintesis silika mesopori MCM-48. Dalam metode ini, konsentrasi molar yang digunakan dalam pencampuran reaksi yaitu 1 M TEOS: 0,25 Na₂O: 0,65 CTACl: 62 H₂O pada suhu 100 °C selama 3 hari. Dalam sistem ini, perbandingan molar CTACl:Si dan konsentrasi CTACl masing-masing sebesar 0,65:1 dan 13% (b/b). Metode lain untuk mensintesis MCM-48, dilaporkan oleh Chen, dkk., (1997).

Ryoo (1999) melaporkan metode sintesis silika mesopori MCM-48. Larutan natrium tetrasilika dan Ludox HS40 digunakan sebagai sumber silika. Pembuatan silika dengan mencampurkan larutan natrium tetrasilika dan Ludox HS40. Campuran

surfaktan dibuat dengan melarutkan surfaktan kationik (n-alkiltrimetilammonium bromida) dan surfaktan netral (polioksietilena alkil, triton X-100) bersamaan dengan pemanasan dalam akuades. Sumber silika dan campuran surfaktan dimasukkan dalam botol polipropilen kemudian dikocok dengan cepat dan kuat. Campuran gel yang diperoleh dipanaskan pada suhu 100 °C untuk pembentukan mesofase surfaktan silika.

Nishiyama (2001) melaporkan metode sintesis silika mesopori MCM-48 dengan menggunakan alumina berpori dengan struktur asimetris sebagai pendukung. Alumina berpori ditempatkan pada tetraetilortosilikat (TEOS). Kemudian, larutan yang terdiri atas surfaktan amonium, $C_{16}H_{33}(CH_3)_3NBr$, NaOH dan air deionisasi ditambahkan ke TEOS. Setelah campuran diaduk selama 90 menit lebih, campuran dan alumina berpori dipindahkan ke autoklaf. Alumina ditempatkan horizontal di bawah autoklaf. Reaksi dilakukan tanpa pengadukan pada suhu 90 °C selama 96 jam. Produk dibilas dengan air deionisasi dan dikalsinasi di udara pada suhu 500 °C selama 4 jam dengan pemanasan dan laju pendinginan $1\text{ }^{\circ}K.min^{-1}$.

2.3.2 Modifikasi Silika Mesopori MCM-48

Modifikasi permukaan silika mesopori MCM-48 bertujuan meningkatkan kapasitas adsorpsi karena lemahnya gugus siloksan dan silanol dalam mengadsorpsi ion logam (Sriyanti dkk., 2005). Modifikasi permukaan silika dapat dilakukan dengan penambahan gugus fungsional yang dapat mengkomplekskan logam-logam berat baik secara langsung maupun dengan senyawa organosilan sebagai perantara (Buhani dkk., 2009).

Modifikasi MCM-48 dengan senyawa anorganik maupun organik dapat dilakukan dengan menambahkan logam tertentu, Gau dkk., (2015) memodifikasi

silika mesopori MCM-48 menggunakan senyawa 3-aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) dan digunakan untuk mengadsorpsi ion Pb(II). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi ion logam Pb(II) oleh MCM-48-NH₂ adalah 0,1261 mmol/g. Modifikasi MCM-48 juga telah dilakukan oleh Ebrahimzadeh dkk., (2010) dengan menambahkan gugus aktif -NH₂ dari senyawa 3-aminopropiltrioksisilan (3-APTES) untuk mengadsorpsi ion Au(III) dan Cd(II). Lebih dari 90 % gugus silanol yang terdapat pada MCM-48 digantikan dengan gugus amino (-NH₂) setelah proses modifikasi. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi untuk ion Au(III) dan Cd(II) yang diperoleh sebesar $1,55 \pm 0,04$ mmol/g dan $1,45 \pm 0,03$ mmol/g.

Wiyanto dkk., (2015) dan Pratiwi dkk., (2015) memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan gugus aktif amino (-NH₂) dari senyawa 3-aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) untuk mengadsorpsi ion Zn(II) dan Ni(II). Kapasitas adsorpsi yang diperoleh untuk menyerap ion Zn(II) dan Ni(II) berturut-turut adalah 0,5463 mmol/g dan 0,4334 mmol/g.

2.3.3 Karakterisasi Silika Mesopori MCM-48

Karakterisasi silika mesopori MCM-48 dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa teknik, yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), pengukuran adsorpsi, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), dan spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) (Taba, 2001).

Karakterisasi dengan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengetahui apakah MCM-48 yang telah disintesis memiliki keteraturan pori yang sama dengan MCM-48 yang telah disintesis peneliti sebelumnya (Wiyanto dkk., 2015) serta dapat mengetahui bentuk arsitektur pori dan simetri dari

MCM-48 (Beck, dkk., 1992). Metode ini digunakan juga untuk mempelajari transformasi struktur dari MCM-41 menjadi MCM-48 dan untuk mengetahui kondisi optimum untuk mensintesis MCM-48 dengan kualitas tinggi (Ryoo dkk., 1999).

Metode FTIR dan NMR digunakan untuk mengetahui mekanisme interaksi antara surfaktan dan adsorben. Penentuan konsentrasi surfaktan secara kuantitatif menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengukur jumlah surfaktan yang teradsorpsi oleh silika mesopori (Taba, 2001). Karakterisasi FTIR juga berguna untuk melihat gugus-gugus fungsi yang ada pada MCM-48 sebelum dan setelah pencucian dengan HCl-etanol, serta sebelum dan setelah modifikasi dengan 3-APTMS (Sari dkk., 2015).

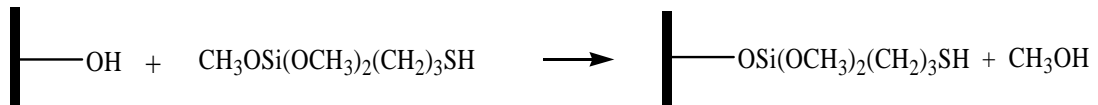
Karakterisasi dengan metode SEM untuk melihat perbedaan bentuk permukaan adsorben sebelum dan setelah adsorpsi ion Pb(II) pada modifikasi silika mesopori MCM-48 dengan 3-Aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) (Gau dkk., 2015).

2.3.4 Aplikasi Silika Mesopori MCM-48

Silika mesopori MCM-48 yang memiliki struktur kubik tiga dimensi telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai proses seperti, adsorpsi, katalis heterogen, dan membran dalam pemisahan gas (Elias dkk., 2010).

Aplikasi silika mesopori MCM-48 telah dilakukan oleh Taba (2001) untuk mensintesis karbon mesopori. Coasne dkk., (2006) menggunakan MCM-48 untuk adsorpsi gas Argon. Park dkk., (2009) menggunakan MCM-48 untuk adsorpsi CO₂ termodifikasi dengan gugus amina. Wiyanto dkk., (2015) dan Pratiwi dkk., (2015) menggunakan MCM-48 termodifikasi dengan gugus -NH₂ untuk adsorpsi ion Zn(II) dan Ni(II).

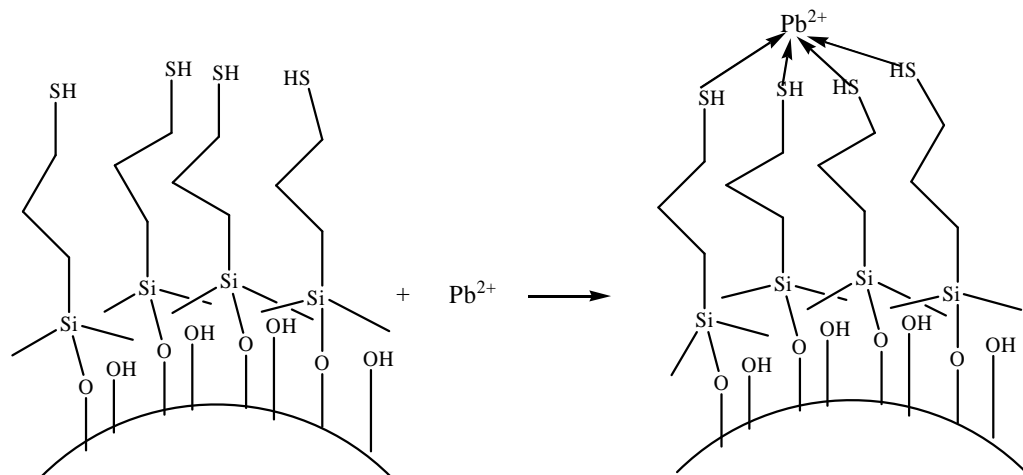
Wang dan Li (2006) telah memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan menambahkan gugus tiol (-SH) pada permukaannya untuk mengadsorpsi ion Hg(II). Kemudian, Taba dkk. (2013) memodifikasi silika mesopori MCM-48 dengan gugus tiol (-SH) untuk mengadsorpsi ion Ag(I) dan Cd(II). Kapasitas adsorpsi yang diperoleh untuk mengadsorpsi ion Ag(I) dan Cd(II) berturut-turut adalah 2,7266 mmol.g⁻¹ dan 0,1435 mmol.g⁻¹. Sriyanti, dkk., (2005) memberikan reaksi modifikasi gugus silanol dari silika gel dengan 3-MPTMS sehingga interaksi antara gugus silanol dari MCM-48 dengan 3-MPTMS dapat diilustrasikan pada Gambar (2).



Gambar 2. Persamaan reaksi gugus silanol dari MCM-48 dengan 3-MPTMS

2.4 Interaksi Gugus Tiol dengan Ion Pb(II)

Penambahan gugus fungsional organik diharapkan mampu menjadi ligan pengkompleks logam-logam berat menggunakan agen silan sebagai prekursor untuk membentuk permukaan baru pada material silika (Buhani dkk., 2009). Salah satu atom donor yang bisa digunakan adalah gugus tiol (-SH). Gugus tiol (-SH) merupakan bahan organik yang bersifat basa lunak sehingga akan cenderung berikatan dengan asam lunak (Pearson, 1963). Berdasarkan mekanisme reaksi yang diusulkan oleh Wu (2010) yang telah dimodifikasi, interaksi antara ion Pb(II) dengan MCM-48-SH dapat diilustrasikan pada Gambar (3).



Gambar 3. Persamaan reaksi adsorpsi ion Pb(II) dengan adsorben MCM-48-SH

2.5 Desorpsi

Desorpsi adalah suatu proses terlepasnya adsorbat dari adsorbennya. Konsentrasi adsorbat yang diserap oleh adsorben sebaiknya mendekati atau sama jumlahnya dengan yang diadsorpsi. Selanjutnya zat adsorben dapat digunakan kembali untuk menarik logam dengan cara regenerasi ulang adsorben. (Pagnanelli dkk., 2002).

Proses regenerasi adsorben dapat dilakukan dengan pelarutan kembali logam yang terdapat pada adsorben dengan menggunakan pelarut logam yang tepat. Logam yang terlepas dari adsorben bergantung pada tipe dan kekuatan larutan untuk menarik logam. Desorpsi dapat dilakukan dengan cara mengontakkan larutan pendesorpsi dengan adsorben yang telah menyerap logam. Larutan pendesorpsi dapat bersifat asam, basa, maupun netral (Sari, 2016).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah setil trimetil amonium bromida (CTAB) yang diperoleh dari *Sigma Aldrich*, Ludox HS40 (35 % b/b SiO₂, 0,4 % b/b Na₂O dan 60,1 % b/b H₂O) yang diperoleh dari *Du Pont*, Triton X-100 (*Sigma Aldrich*), 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS) yang diperoleh dari *Sigma Aldrich*, Pb(NO₃)₂ p.a, HCl p.a, HNO₃ p.a, Na₂-EDTA p.a, NaOH p.a, CH₃COOH p.a, etanol p.a, toluena p.a, akuabides, kertas saring Whatman 42, dan kertas pH universal.

3.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium kimia, termometer, oven (SPNI 505FD), multistirrer *Magruch x-stirer 15 (velp icientifica)*, magnetik stirrer (*cole-palmer*), *hotplate* stirrer ceramag midi (Ika - *Basic I*), neraca analitik (*Ohaus*) model NO AP210, cawan petri, pompa vakum (*ABM 4EK F6 3CX-4*), pH meter, penyaring *buchner*, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) *Buck Scientific model 205 VGP*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR) (Shimadzu 820 IPC)*, dan *X-Ray Diffraction (Paralytical X'-Pert³)*.

3.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April hingga Agustus 2016 di Laboratorium Kimia Fisika, Laboratorium Kimia Analitik, dan Laboratorium Kimia

Terpadu Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin, serta *School Natural and Computing Science, University of Aberdeen, Scotland*.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-48

Sintesis MCM-48 menggunakan metode Ryoo dkk. (1999) yang dimodifikasi oleh Taba (2008), sebagai berikut : larutan Ludox HS40 sebanyak 14,3 gram dicampur dengan 45,25 gram larutan NaOH 1M. Campuran dipanaskan sambil diaduk selama 2 jam pada suhu 80 °C. Campuran surfaktan dibuat dengan melarutkan 6,12 gram CTAB dan 1,34 gram Triton X-100 secara bersamaan dalam 83,47 gram akuades sambil dipanaskan. Setelah larutan natrium tetrasilikat dan surfaktan dingin, kedua larutan segera dicampurkan dalam botol polipropilen. Botol langsung ditutup dan dikocok dengan kuat selama 15 menit. Campuran gel yang dihasilkan dipanaskan pada kondisi statis pada 100 °C selama 24 jam. Pada tahap ini, mesofase surfaktan-silika dibentuk. Untuk menghindari pemisahan dari mesofase pada tahap awal pemanasan, botol yang berisi campuran sekali-sekali dikocok. Campuran reaksi kemudian didinginkan pada suhu kamar dan CH₃COOH 30% ditambahkan ke dalam campuran untuk mengatur pH sampai 10. Setelah pH mencapai 10, campuran dipanaskan lagi pada suhu 100 °C selama 24 jam kemudian didinginkan pada suhu kamar. MCM-48 yang terbentuk disaring, dicuci dengan akuabides, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C. Surfaktan dihilangkan dari produk berwarna putih melalui pencucian dengan campuran HCl-etanol, 1 gram MCM-48 dicuci dengan 25 mL HCl 0,1 M dalam larutan etanol 50 % sambil diaduk selama 30 menit pada suhu kamar. Pencucian diulangi sekali lagi kemudian campuran disaring, endapan dicuci dengan akuabides dan dikeringkan

pada suhu 110 °C. Silika mesopori MCM-48 dikarakterisasi menggunakan XRD, dan FTIR.

3.4.2 Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan Gugus Tiol (-SH)

Modifikasi MCM-48 dengan gugus tiol menggunakan prosedur Wang dan Li (2006). Sebanyak 9,5 gram bubuk silika mesopori MCM-48 direflux dengan 142,5 mL toluena yang mengandung 15,2 gram 3-merkaptopropilmetoksisilan selama 24 jam. Setelah itu, campuran tersebut disentrifugasi kemudian dicuci dengan toluena lalu etanol beberapa kali dan dikeringkan pada suhu 110 °C. Silika mesopori MCM-48 dan MCM-48-SH yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD, dan FTIR.

3.4.3 Pembuatan Larutan Baku Pb(NO₃)₂ 10.000 ppm

Sebanyak 1,5984 gram Pb(NO₃)₂ ditimbang lalu dilarutkan dengan akuades, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian volume larutan diimpitkan hingga tanda batas.

3.4.4 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi

MCM-48-SH sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 50 mL larutan ion Pb(II) 10 ppm. Campuran diaduk dengan magnetik stirer selama 20 menit lalu disaring. Absorbansi filtrat diukur dengan menggunakan SSA dengan panjang gelombang maksimum. Perlakuan diulangi dengan variasi waktu pengadukan berturut-turut 5, 10, 20, 40, 60 dan 90 menit. Konsentrasi yang teradsorpsi untuk tiap satuan waktu kontak dengan menggunakan persamaan (9)

$$C_{\text{ads}} = C_o - C_e \quad (9)$$

dimana C_{ads} adalah konsentrasi teradsorpsi, C_o adalah konsentrasi awal, dan C_e adalah konsentrasi akhir. Banyaknya ion Pb(II) yang teradsorpsi (mg) per gram adsorben silika mesopori (MCM-48) ditentukan menggunakan persamaan (10)

$$\frac{x}{m} = \frac{(C_o - C_e)V}{W} \quad (10)$$

di mana $\frac{x}{m}$ adalah jumlah Pb(II) yang teradsorpsi (mg/g), C_o adalah konsentrasi Pb(II) sebelum adsorpsi (mg/L), C_e adalah konsentrasi ion Pb(II) setelah adsorpsi (mg/L), V adalah volume larutan Pb(II) dalam satuan L, dan W adalah jumlah adsorben silika mesopori MCM-48 (g).

3.4.5 Penentuan pH Optimum Adsorpsi

MCM-48-SH sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer yang berisi 50 mL larutan ion Pb(II) 10 ppm, kemudian campuran diaduk selama waktu optimum dengan variasi pH 2, 3, 4, dan 5. Campuran tersebut disaring menggunakan penyaring vakum dengan kertas saring Whatman-42. Adsorbansi filtrat diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum. Konsentrasi yang teradsorpsi untuk tiap pH dihitung menggunakan persamaan (9). pH optimum adsorpsi adalah pH dimana konsentrasi teradsorpsi (C_{ads}) terbesar. Banyaknya ion Pb(II) yang teradsorpsi (mg/g) adsorben silika mesopori (MCM-48) ditentukan menggunakan persamaan (10).

3.4.6 Penentuan Kapasitas Adsorpsi

MCM-48-SH masing-masing sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam 5 erlenmeyer berbeda yang berisi 50 mL. Larutan ion Pb(II) dengan variasi konsentrasi 30, 60, 90, 180 dan 270 ppm. Larutan kemudian diaduk selama waktu optimum. Campuran tersebut disaring menggunakan penyaring vakum dengan kertas

Whatman-42. Adsorbansi filtrat diukur dengan menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum. q_e adalah banyaknya ion Pb(II) teradsorpsi (mg/g) yang ditentukan dengan menggunakan persamaan (10). Isotermal adsorpsi dapat ditentukan menggunakan persamaan Langmuir dan Freundlich seperti pada persamaan (1) dan (3). Dengan menjabarkan $\log q_e$ terhadap $\log C_e$ untuk persamaan Freundlich atau C_e/Q_e terhadap C_e untuk persamaan Langmuir. Dari *intercept* persamaan Freundlich diperoleh nilai K_f yang merupakan kapasitas adsorpsi dan dari *slope* persamaan Langmuir diperoleh nilai Q_0 yang berhubungan dengan kapasitas adsorpsi.

3.4.7 Analisis FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada MCM-48 dan MCM-48-SH. Silika mesopori MCM-48-SH mengadsorpsi ion Pb(II) pada waktu dan pH optimum dikeringkan pada 100 °C. Sampel dicampur dengan KBr (1:10) dan dibuat pelet, lalu dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4500-350 cm^{-1} , resolusi 4 cm^{-1} dan jumlah scan sama dengan 300 pada FTIR.

3.4.8 Analisis XRD

Pola XRD silika mesopori MCM-48 dan MCM-48-SH ditentukan melalui Difraktometer Paralytical X'Pert³ Powder yang menggunakan Cu ($\lambda_1 = 1,540598 \text{ \AA}$ dan $\lambda_2 = 1,544426 \text{ \AA}$) sebagai sumber radiasi dan dioperasikan pada 45 kV dan 40 mA. Step size 0,001 dianalisis pada 2 *theta* mulai 1,51 - 9,99° dan *divergence slit* sebesar 0,05 mm.

3.4.9. Desorpsi Ion Pb(II) dari MCM-48-SH

Silika mesopori MCM-48-SH sebanyak 2 g yang telah dibuat kontak dengan larutan ion Pb(II) 500 ppm dalam 200 mL, disaring kemudian dicuci dengan akuabides untuk menghilangkan residu dari Pb(II) pada permukaan. Selanjutnya, 0,1 g material tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia yang masing-masing berisi akuabides, HNO₃ 0,3 M, HCl 0,3 M, dan Na₂-EDTA 0,3 M. Campuran selanjutnya diaduk dengan *stirrer* dengan menggunakan waktu optimum. Filtrat kemudian dianalisis untuk menentukan konsentrasi larutan ion Pb(II) setelah proses desorpsi. Rasio desorpsi dapat dihitung dari perbandingan ion logam yang didesorpsi dengan konsentrasi ion logam yang diadsorpsi. Persamaan (11) yang dapat digunakan adalah:

$$\% \text{ desorpsi} = \frac{\text{jumlah ion logam yang didesorpsi}}{\text{jumlah ion logam yang diadsorpsi}} \times 100 \% \quad (11)$$

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini membahas sintesis dan karakterisasi silika mesopori, MCM-48 dan MCM-48 termodifikasi gugus tiol. MCM-48-SH yang dikarakterisasi dengan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). MCM-48-SH digunakan sebagai adsorben ion Pb(II) dari larutannya. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi dipelajari sebagai fungsi waktu, pH, dan konsentrasi. Persamaan kinetika orde satu semu dan orde dua semu dipakai untuk studi kinetika adsorpsi. Isotermal adsorpsi dipelajari dengan menggunakan model Langmuir dan Freundlich.

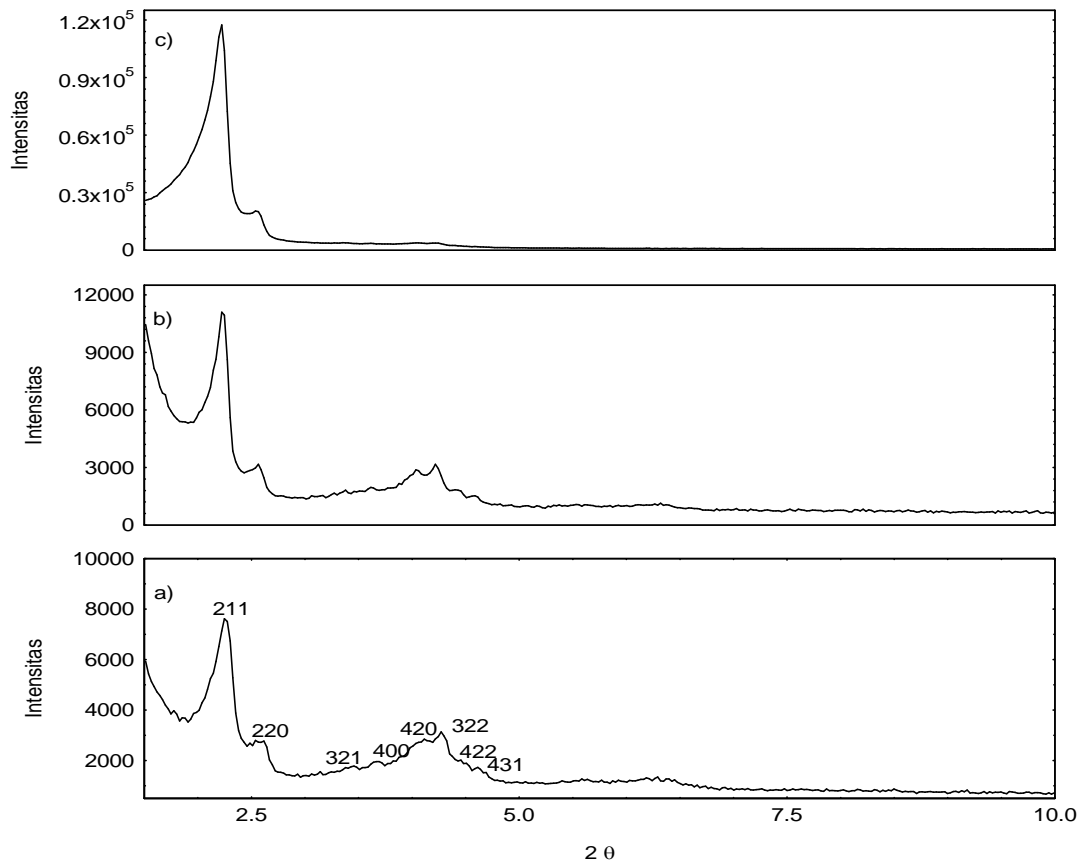
4.1 Sintesis dan Karakterisasi MCM-48 dan MCM-48-SH

Material yang diperoleh merupakan serbuk yang berwarna putih. Material tersebut dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mendapatkan informasi berhasil tidaknya proses sintesis, stabilitas struktur pori setelah penghilangan surfaktan yang digunakan sebagai pencetak pori (*template*) dan setelah modifikasi 3-MPTMS.

4.1.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Data XRD yang diperoleh dibandingkan dengan data yang telah dilaporkan sebelumnya. Pola XRD dari material sebelum dan setelah pencucian dengan HCl-etanol 3x serta setelah modifikasi dengan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS) diberikan pada Gambar 4. Material yang disintesis memiliki 8 puncak pada sudut 2 theta (2θ) yakni $2,22^\circ$, $2,56^\circ$, $3,61^\circ$, $3,88^\circ$, $4,05^\circ$, $4,22^\circ$, $4,41^\circ$, dan $4,56^\circ$. (Gambar 4a). Puncak-puncak tersebut merupakan karakteristik dari material yang

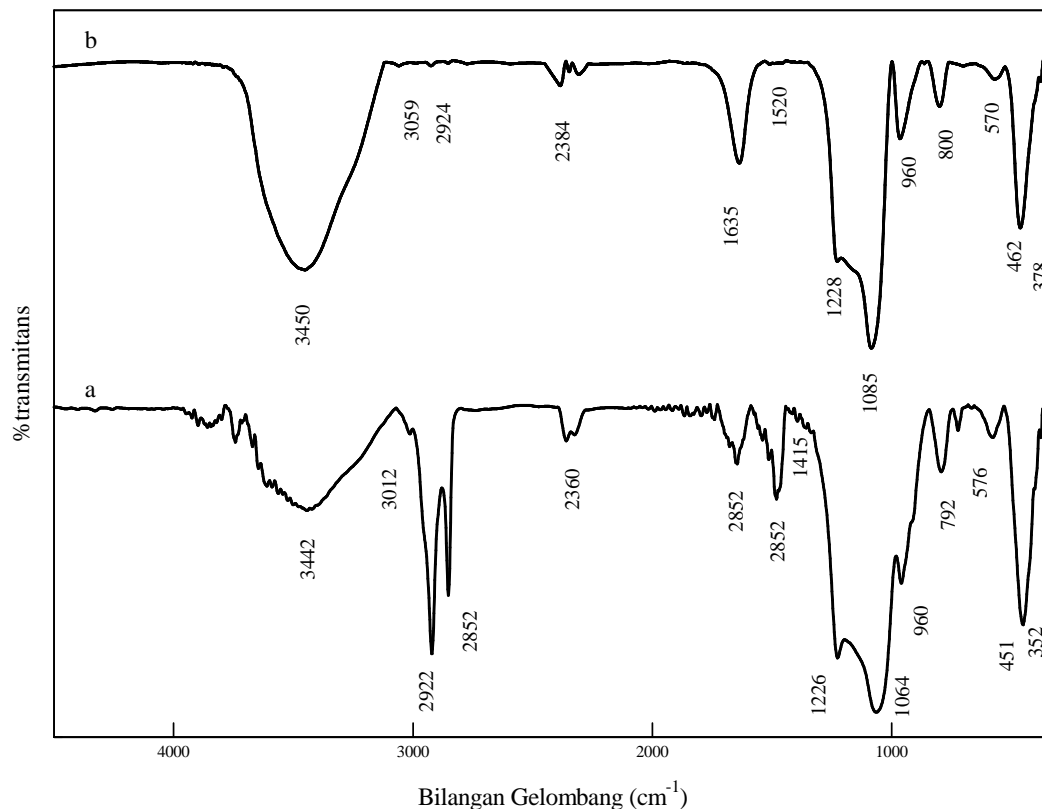
teratur yang dikenal sebagai MCM-48 seperti yang telah dilaporkan sebelumnya (Beck dkk., 1992; Ryoo dkk., 1999; Taba, 2001). Setelah pencucian dengan HCl-etanol, kedelapan puncak masih ada dengan intensitas puncak yang bertambah. Hal ini disebabkan oleh tidak adanya hamburan cahaya yang disebabkan oleh surfaktan yang menunjukkan bahwa surfaktan telah hilang. Puncak-puncak tersebut bergeser ke 2θ yang lebih rendah. Menurut Beck dkk. (1992), hal ini terjadi karena adanya kondensasi gugus silanol dan konstruksi kisi. Pola difraksi setelah modifikasi dengan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (3-MPTMS) ditunjukkan pada Gambar 4c. Puncak-puncak yang diperoleh mirip dengan puncak-puncak pada pola difraksi sebelum modifikasi. Hasil ini menunjukkan bahwa keteraturan struktur material masih dipertahankan setelah modifikasi.



Gambar 4. Pola XRD untuk MCM-48 a) sebelum pencucian, b) setelah pencucian; c) setelah modifikasi dengan 3-MPTMS.

4.1.2 Karakterisasi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

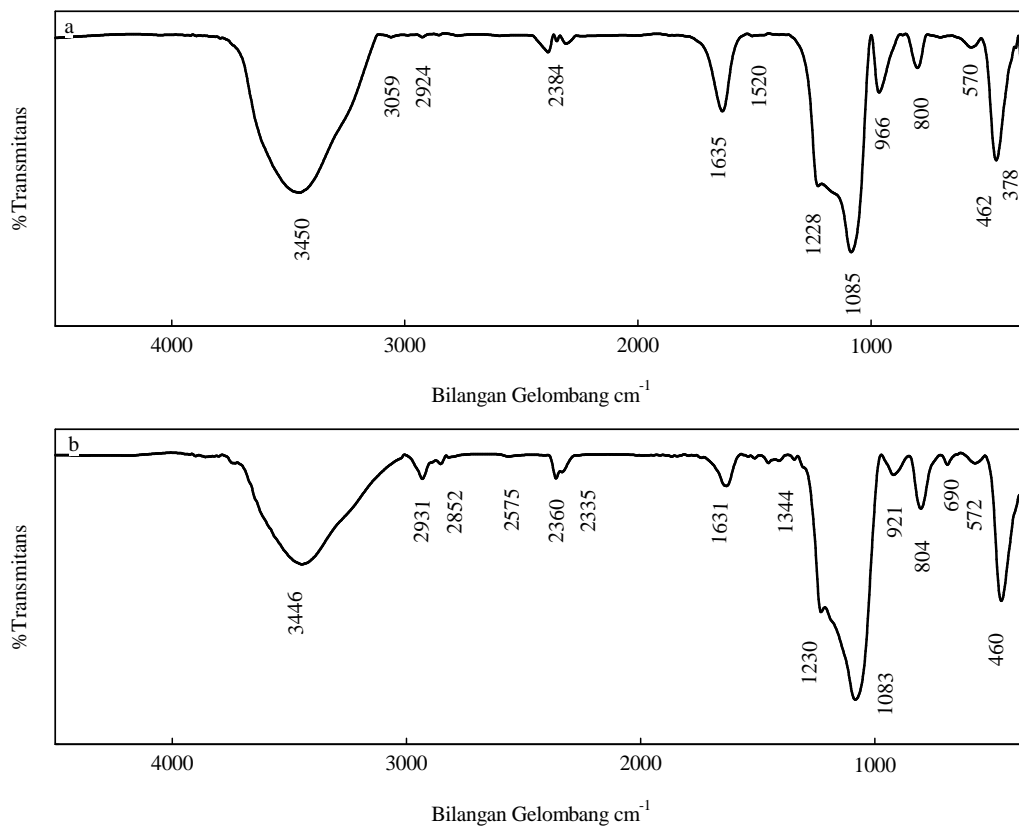
Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk memonitor hilangnya surfaktan (*template*) setelah pencucian dengan HCl-etanol. Alat ini juga dipakai untuk melihat gugus fungsi yang muncul setelah modifikasi. Gambar 5 menunjukkan spektra FTIR MCM-48 sebelum dan setelah pencucian.



Gambar 5. FTIR untuk MCM-48 a) sebelum pencucian; b) MCM-48 setelah pencucian

Dua daerah tertentu untuk molekul surfaktan diamati pada spektrum MCM-48 sebelum pencucian (Gambar 5a) yakni vibrasi ulur C-H pada daerah (antara 2800 cm⁻¹ dan 3010 cm⁻¹) dan vibrasi tekuk C-H (antara 1300 cm⁻¹ dan 1500 cm⁻¹). Vibrasi ulur C-H terdiri atas simetri -CH₂ pada 2852 cm⁻¹, antisimetri -CH₂ pada 2924 cm⁻¹, dan asimetri -CH₃ terminal pada 3012 cm⁻¹). Vibrasi tekuk C-H ditunjukkan oleh serapan pada 1481 cm⁻¹. Setelah pencucian, vibrasi ulur dan tekuk C-H hampir tidak terlihat (Gambar 5b) karena molekul yang memberikan

kontribusi untuk serapan tersebut (surfaktan) sebagian besar telah hilang. Puncak yang lebar pada bilangan gelombang 3442 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur O-H yang diperkuat oleh adanya vibrasi tekuk O-H pada 1645 cm^{-1} . Puncak-puncak tersebut merupakan kontribusi dari gugus silanol (-Si-OH) yang terdapat dalam senyawa MCM-48. Puncak yang tajam pada 1226 cm^{-1} dan 1064 cm^{-1} dan puncak yang lemah pada 960 cm^{-1} dan 792 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi ulur Si-O dari silikat. Setelah pencucian puncak-puncak pada 1226 cm^{-1} dan 1064 cm^{-1} bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi yakni berturut-turut 1085 cm^{-1} dan 1228 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa ada konstruksi kisi pada penghilangan surfaktan seperti yang telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya (Chen, 1992 dan Taba, 2001).



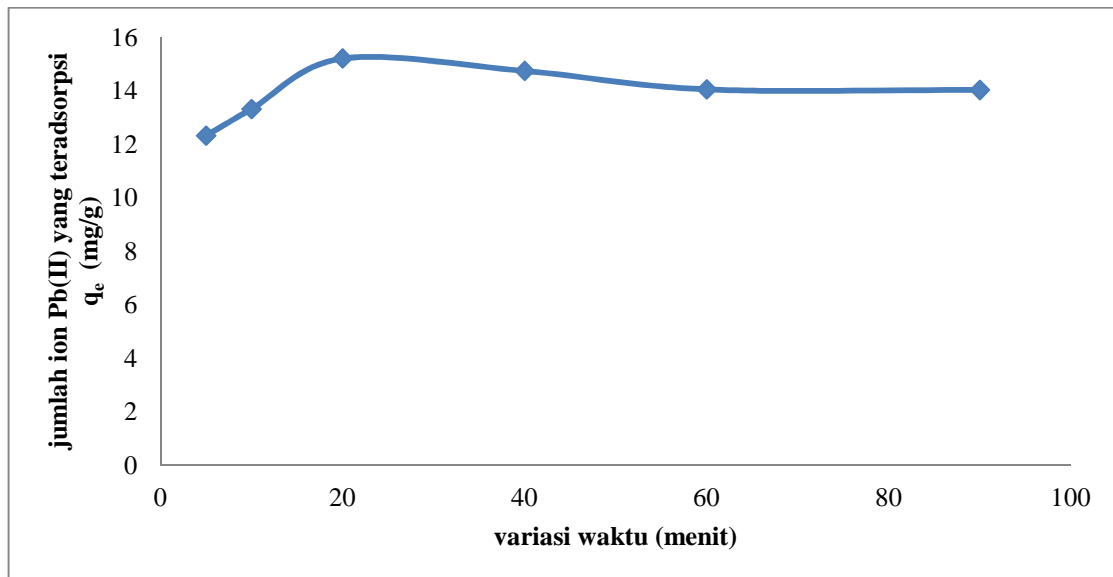
Gambar 6. FTIR untuk MCM-48 a) setelah pencucian b) MCM-48-SH

Gambar 6 menunjukkan spektra MCM-48 sebelum dan setelah modifikasi dengan 3-MPTMS. Setelah modifikasi, spektrum FTIR berubah sebagaimana

ditunjukkan pada Gambar 6b. Beberapa puncak baru muncul setelah modifikasi. Serapan pada bilangan gelombang 2852 cm^{-1} dan 2931 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi ulur C-H dari 3-MPTMS. Adanya gugus metilen ditunjukkan oleh vibrasi tekuk C-H pada 1344 cm^{-1} . Vibrasi S-H muncul lemah pada bilangan gelombang 2575 cm^{-1} .

4.2 Penentuan Waktu Optimum MCM-48-SH

Data jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi oleh MCM-48-SH pada variasi waktu kontak ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi oleh MCM-48-SH sebagai fungsi waktu

Adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH mengalami peningkatan seiring pula meningkatnya waktu kontak sampai kesetimbangan adsorpsi tercapai, dimana seluruh gugus aktif pada adsorben telah jenuh terhadap ion logam sehingga jumlah ion logam yang teradsorpsi tetap.

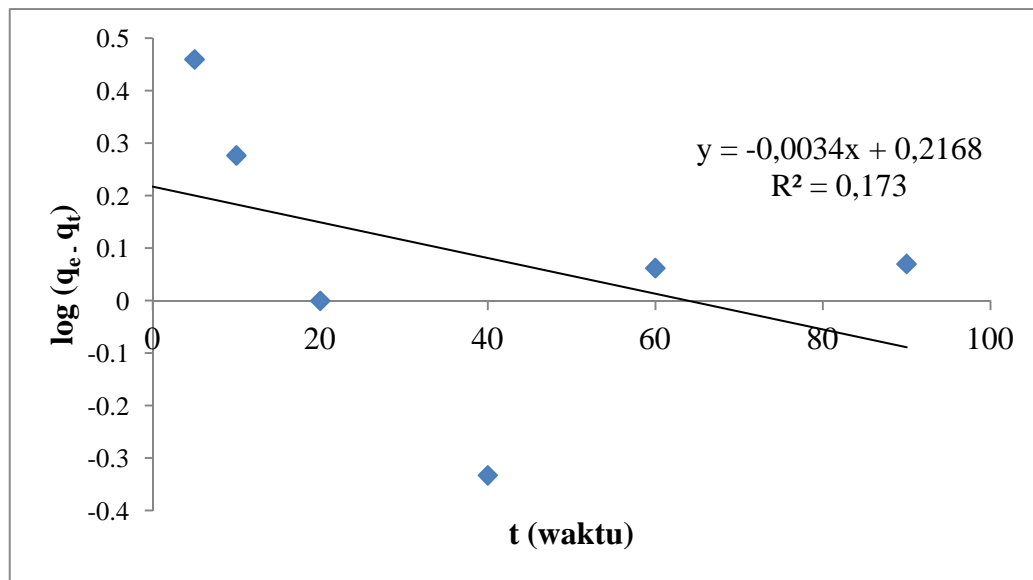
Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi pada waktu 5 menit adalah $12,31\text{ mg/g}$ dan mengalami peningkatan pada waktu 20 menit dengan nilai $q_e\ 15,20\text{ mg/g}$. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi pada 40, 60, dan 90 menit tidak lagi mengalami

peningkatan melainkan sedikit menurun. Berdasarkan data di atas, waktu optimum ion Pb(II) oleh MCM-48-SH adalah 20 menit.

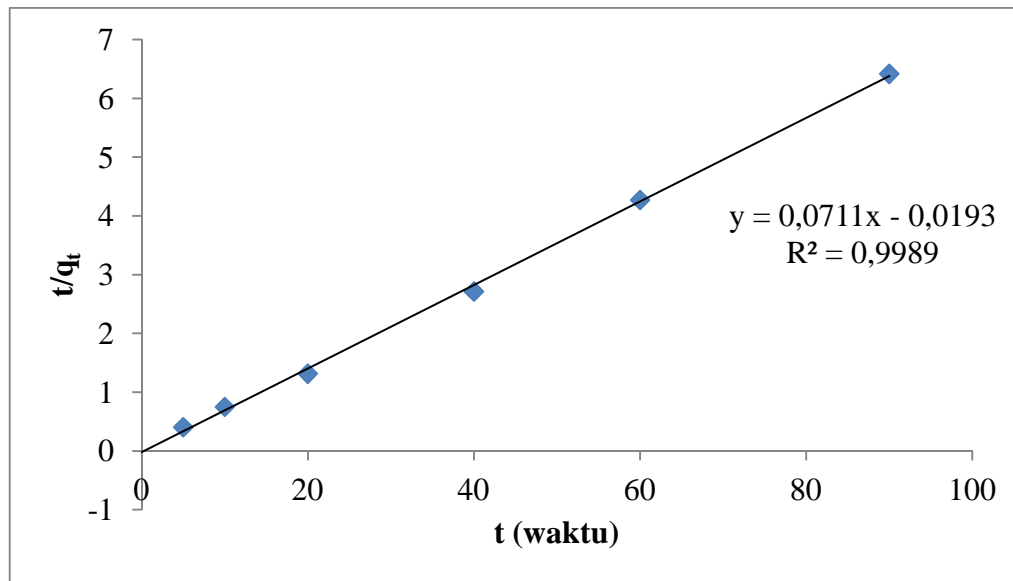
Gau (2015) melaporkan bahwa waktu optimum adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48 dengan gugus aktif (-NH₂) adalah 60 menit dengan nilai q_e yaitu 19,95 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa waktu optimum adsorpsi ion Pb(II) bergantung pada adsorben yang digunakan.

4.2.1 Studi Kinetika

Penentuan model kinetika adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH dilakukan dengan menggunakan persamaan orde satu semu dan orde dua semu.



Gambar 8. Kinetika adsorpsi berdasarkan persamaan orde satu semu



Gambar 9. Kinetika adsorpsi berdasarkan persamaan orde dua semu

Gambar 8 dan 9 menunjukkan kurva grafik model kinetika adsorpsi berdasarkan persamaan garis oleh orde satu semu dan orde dua semu. Parameter studi kinetika adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH ditunjukkan oleh Tabel 2.

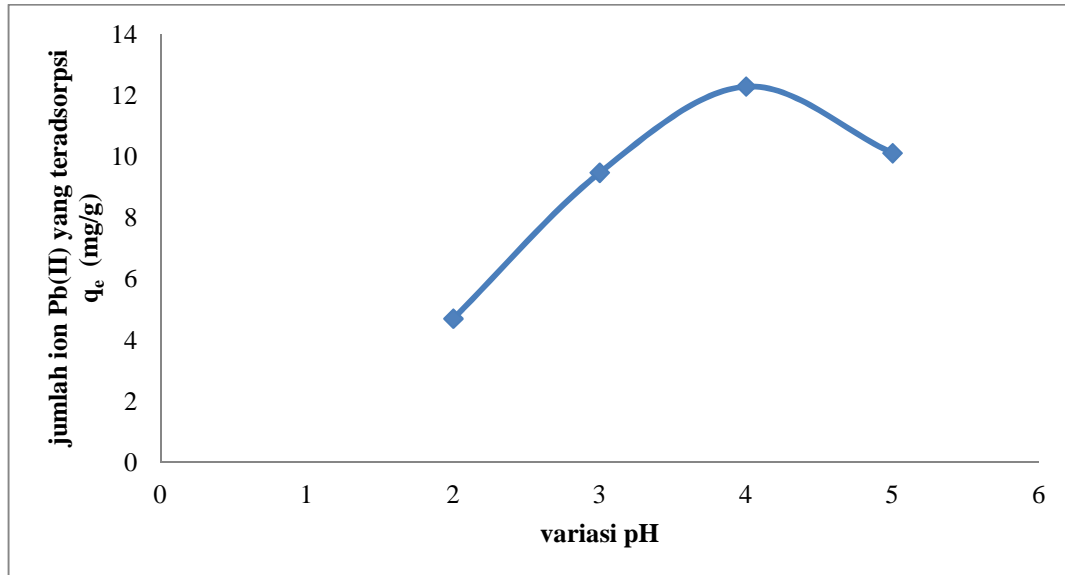
Tabel 2. Kinetika adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Data	Persamaan Orde Satu Semu	Persamaan Orde Dua Semu
k	0,0078 menit ⁻¹	0,2632 g·mg ⁻¹ ·menit ⁻¹
q _e	1,6474 mg/g	14,0647 mg/g
R ²	0,173	0,9989
<i>Experimental</i> q _e	15,20 mg/g	

Hasil data orde satu semu diperoleh nilai kapasitas adsorpsi (q_e) 1,6474 mg/g dengan nilai konstanta laju orde satu semu (k₁) adalah 0,0078 menit⁻¹, sedangkan hasil data yang diperoleh pada orde dua semu yaitu nilai q_e 14,0647 mg/g dengan nilai konstanta laju orde dua semu (k₂) adalah 0,2632 g·mg⁻¹·menit⁻¹. Berdasarkan nilai regresi linear (R²), nilai regresi linear pada orde dua semu hampir mendekati angka 1 dibandingkan orde satu semu sehingga diasumsikan bahwa adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH cenderung mengikuti reaksi orde dua semu.

4.3 Penentuan pH optimum

Salah satu parameter penting dalam adsorpsi ion Pb(II) adalah pH. Pengaruh pH pada adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH disajikan pada Gambar 10.



Gambar 10. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi oleh MCM-48-SH sebagai fungsi pH

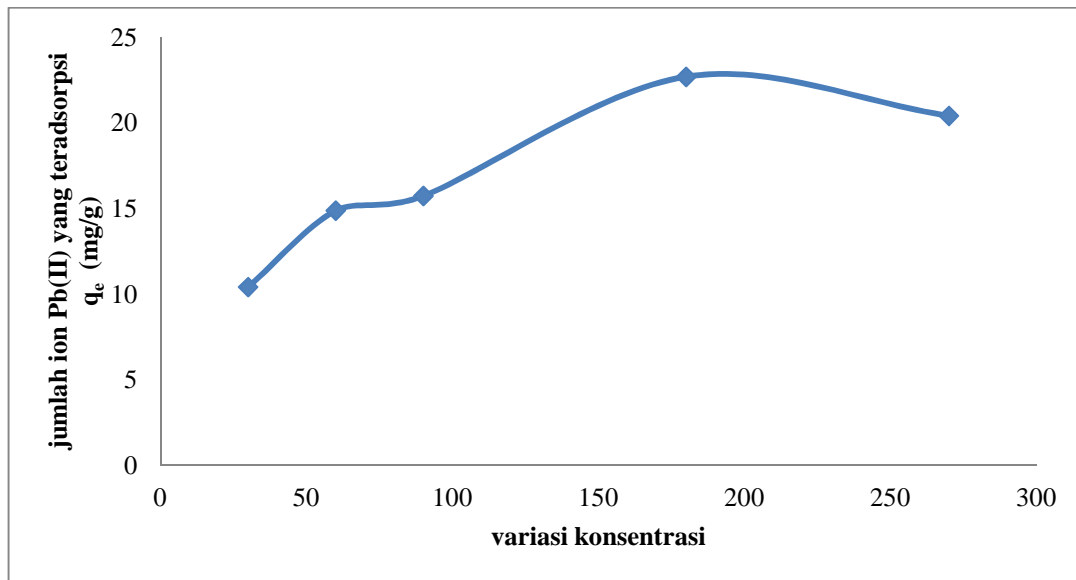
Jumlah adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH meningkat dari pH 2 sampai pH 4 dengan nilai q_e berturut-turut adalah 4,6925 mg/g; 9,4657 mg/g; dan 12,2817 mg/g. Kemampuan MCM-48-SH untuk mengadsorpsi ion Pb(II) mengalami penurunan pada pH 5.

Adsorpsi ion Pb(II) sangat rendah pada pH 2 karena, pada pH yang rendah (sangat asam), gugus -SH dan -OH terprotonasi sehingga ada persaingan antara ion H^+ dengan ion Pb(II) pada saat berinteraksi yang menyebabkan kemampuan adsorpsi terhadap ion Pb(II) menurun. Pada pH 4 jumlah ion H^+ mulai berkurang sehingga persaingan dengan ion H^+ berkurang pula dan permukaan adsorben gugus aktifnya cenderung terionisasi dengan melepas ion H^+ sehingga permukaan adsorben bermuatan negatif (Gau, 2015). Proses adsorpsi mulai menurun pada pH yang lebih tinggi, hal ini disebabkan oleh terjadinya pengendapan $Pb(OH)_2$ dalam

larutan (Riwayati dkk., 2014). Berdasarkan data di atas, pH optimum ion Pb(II) oleh MCM-48-SH adalah pH 4.

4.4 Kapasitas Adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi oleh silika mesopori MCM-48-SH sebagai fungsi konsentrasi awal ion Pb(II) dapat dilihat pada Gambar 9.

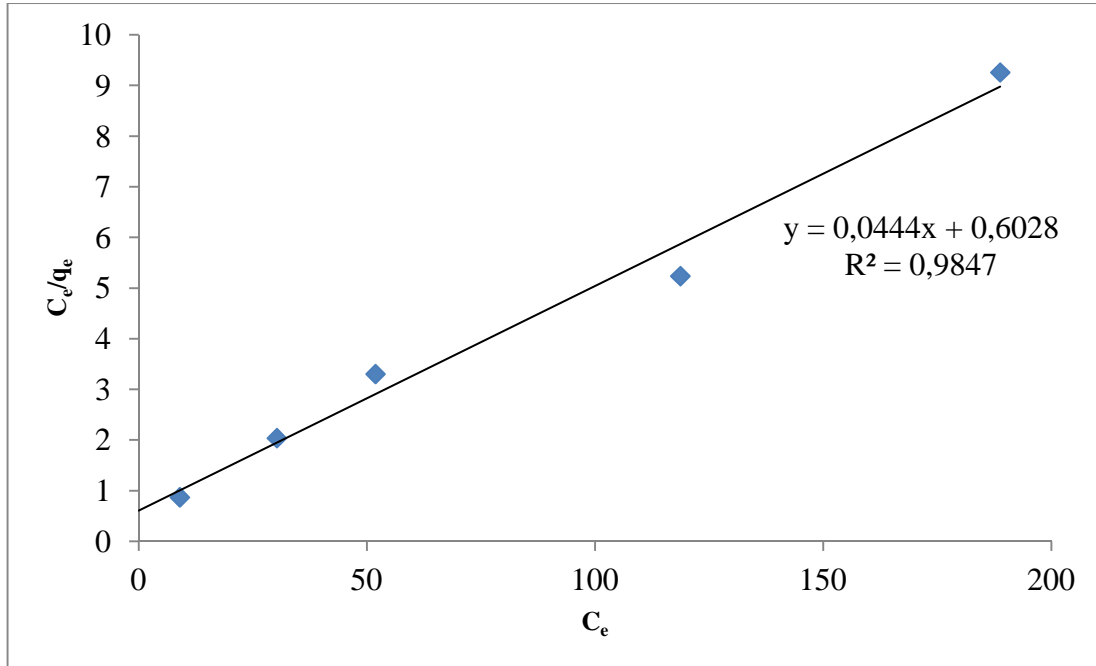


Gambar 11. Jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi oleh MCM-48-SH sebagai fungsi konsentrasi

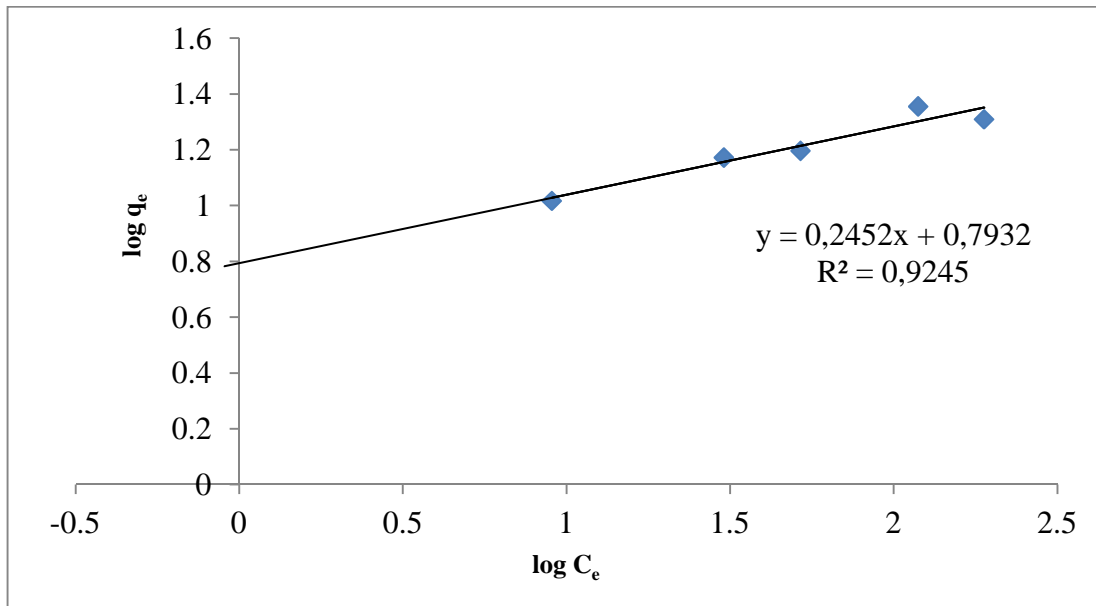
Berdasarkan Gambar 11, semakin besar konsentrasi semakin banyak jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi oleh MCM-48-SH. Hal ini disebabkan, banyaknya jumlah ion Pb(II) dalam larutan akan membentuk ikatan koordinasi dengan MCM-48-SH sehingga jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi bergantung pada jumlah partikel adsorben MCM-48-SH. Tetapi, permukaan MCM-48-SH akan mencapai titik kesetimbangan sehingga kemungkinan dapat menyebabkan ion-ion Pb(II) yang telah terikat terlepas kembali (Krismatuti dkk., 2016).

Untuk menentukan kapasitas adsorpsi, isotermal Langmuir dan Freundlich digunakan. Data jumlah ion Pb(II) yang diperoleh dari penelitian ini dimasukkan ke

dalam persamaan Langmuir dan Freundlich. Kurva penentuan isotermal adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH ditunjukkan pada Gambar 12 dan Gambar 13.



Gambar 12. Isotermal Langmuir adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH



Gambar 13. Isotermal Freundlich adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Parameter Langmuir dan Freundlich untuk adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Data parameter adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH berdasarkan persamaan isotermal Langmuir dan isotermal Freundlich

Isotermal Langmuir				Isotermal Freundlich			
Q _o		b (L/mg)	R ²	K _f		n (g/L)	R ²
mg/g	mmol/g			mg/g	mmol/g		
25,5225	0,1088	0,06	0,9847	6,2115	0,03	4,0783	0,9245

Berdasarkan nilai koefisien regresi linear (R^2), adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH lebih sesuai dengan isotermal Langmuir dengan nilai koefisien regresi linear (R^2) 0,9847. Kapasitas adsorpsi (Q_o) dan intensitas adsorpsi yang diperoleh dari isotermal Langmuir berturut-turut adalah 0,1088 mmol/g dan 0,06 L/mg.

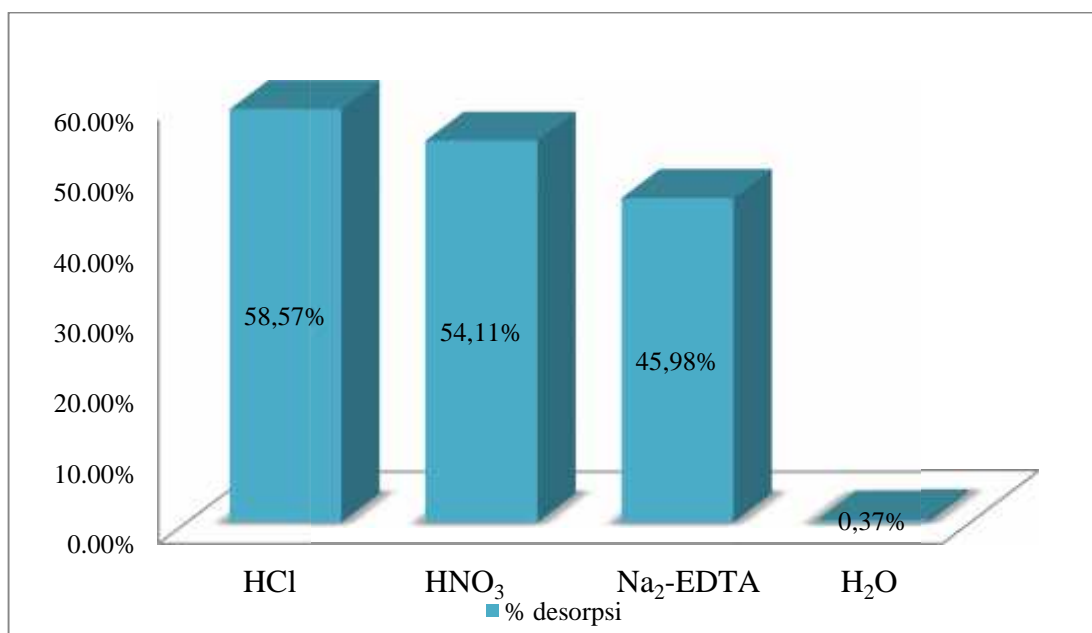
Penelitian sebelumnya yang telah dilaporkan oleh Ruru (2013) dan Pongsendana (2013) silika mesopori MCM-48 dengan gugus aktif (-SH) dapat mengadsorpsi ion Cd(II) dan Ag(I) menurut isotermal Langmuir dengan kapasitas adsorpsi berturut-turut adalah 0,1434 mmol/g dan 2,7233 mmol/g. Hal ini sesuai dengan prinsip HSAB yaitu asam lunak berikatan kuat dengan basa lunak, dimana gugus -SH merupakan basa lunak yang dapat mengadsorpsi asam lunak. Ion Cd(II) dan Ag(I) lebih baik dibandingkan ion Pb(II) yang merupakan asam *borderline*.

4.5 Desorpsi Ion Pb(II) dari MCM-48-SH

Proses desorpsi merupakan kebalikan dari adsorpsi yang dipelajari dengan mengontakkan larutan pendesorpsi dan adsorben MCM-48-SH yang telah dikontakkan dengan ion Pb(II). Desorpsi bertujuan untuk melepaskan ion Pb(II) dari adsorben MCM-48-SH. Dalam penentuan proses desorpsi yang paling efektif untuk menarik kembali ion Pb(II) ditentukan dengan variasi larutan pendesorpsi yaitu HCl 0,3 M; HNO₃ 0,3 M; Na₂-EDTA 0,3 M; dan akuabides. Larutan pendesorpsi HCl dan HNO₃ digunakan untuk menentukan terjadinya reaksi

asam-basa, larutan pendesorpsi $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ digunakan karena garam EDTA merupakan suatu ligan yang kuat sehingga dapat membentuk kompleks antara atom pusat dan ligan, sedangkan akuabides digunakan sebagai pendesorpsi netral (Mohadi dkk., 2014).

Penentuan persen (%) larutan pendesorpsi untuk ion Pb(II) yang terikat oleh MCM-48-SH ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Desorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

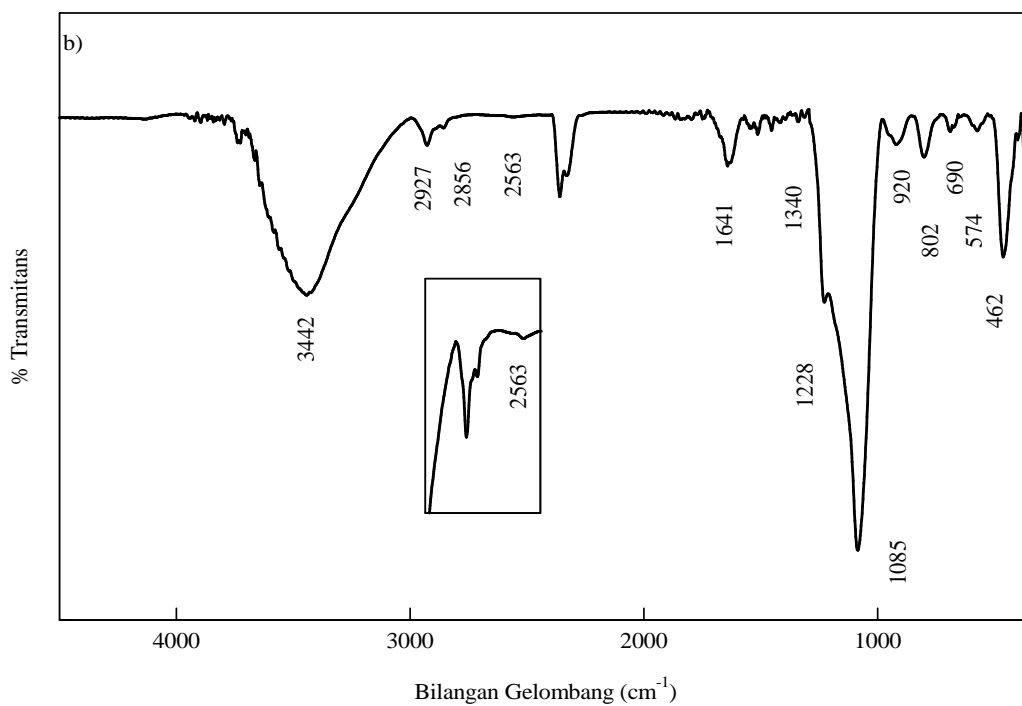
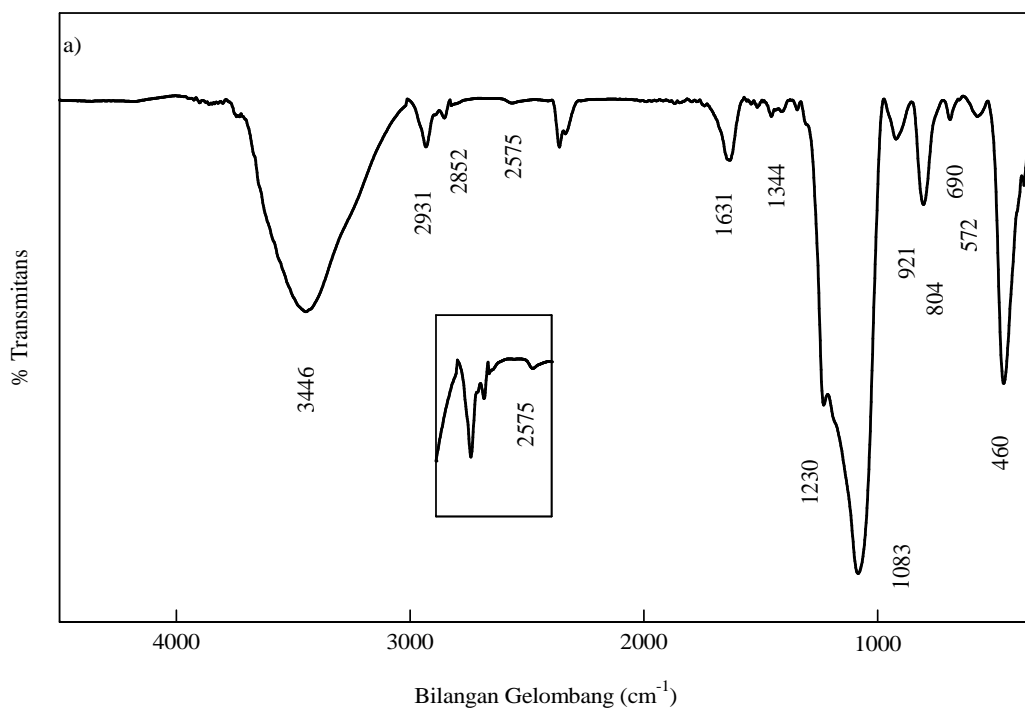
Gambar 14 menunjukkan bahwa larutan pendesorpsi yang mampu menarik kembali ion Pb(II) berturut-turut adalah HCl 0,3 M, HNO₃ 0,3 M, Na₂-EDTA 0,3 M. Berdasarkan data, terlihat bahwa larutan pendesorpsi yang efektif menarik kembali ion Pb(II) yang sebelumnya telah terikat oleh gugus ($-\text{SH}$) pada adsorben MCM-48-SH adalah HCl. Hal ini disebabkan dalam kondisi asam, gugus aktif yang terdapat pada adsorben (MCM-48-SH) menjadi terprotonasi dan tidak menarik ion yang bermuatan positif, sehingga ion-ion lebih mudah terlepas dan ditarik oleh larutan pendesorpsi membentuk PbCl_2 . Selanjutnya, ion H^+ yang telah dilepaskan oleh HCl akan berikatan kuat dengan adsorben MCM-48-SH.

Larutan pendesorpsi HNO₃ memperlihatkan nilai persen (%) desorpsi yang tidak berbeda jauh dari larutan pendesorpsi HCl, hal ini disebabkan HNO₃ termasuk asam kuat sehingga dapat pula berkopetensi dalam proses pertukaran ion (Andika dkk., 2016). Akuabides tidak memberikan efek yang signifikan dalam pelepasan ion Pb(II) setelah berikatan dengan adsorben MCM-48-SH. Hal ini menunjukkan bahwa adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH terjadi secara kimia.

4.6 Karakterisasi FTIR Adsorpsi Pb(II) oleh MCM-48-SH

Interaksi ion Pb(II) dengan MCM-48-SH dipelajari menggunakan FTIR untuk membandingkan spektra FTIR dari MCM-48-SH sebelum dan setelah mengadsorpsi ion Pb(II) yang diperlihatkan pada Gambar 15.

Pada spektrum MCM-48-SH setelah adsorpsi ion Pb(II), bilangan gelombang untuk vibrasi S-H bergeser dari 2575 cm⁻¹ menjadi 2563 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahwa gugus -SH berperan pada adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH yang mengindikasikan terjadinya adsorpsi secara kimia. Hasil ini sesuai dengan data desorpsi dimana ion Pb(II) tidak dapat didesorpsi dari MCM-48-SH oleh akuabides.



Gambar 15. FTIR untuk a) MCM-48-SH b) MCM-48-SH-Pb

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dapat disimpulkan bahwa MCM-48-SH dapat digunakan sebagai adsorben ion Pb(II) dengan hasil sebagai berikut:

1. modifikasi MCM-48 dengan 3-merkaptopropiltrimetoksisilan berhasil dilakukan dengan keteraturan struktur yang tetap dipertahankan.
2. waktu kontak dan pH optimum adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH adalah 20 menit dan pada pH 4.
3. adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH mengikuti orde dua semu dengan nilai k_2 $0,2632 \text{ g}\cdot\text{mg}^{-1}\cdot\text{menit}^{-1}$.
4. adsorpsi ion Pb(II) oleh MCM-48-SH mengikuti model isothermal Langmuir dengan kapasitas adsorpsi $0,1088 \text{ mmol/g}$.
5. larutan pendesorpsi yang efektif untuk menarik kembali ion Pb(II) dari MCM-48-SH adalah HCl.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah perlu penelitian lebih lanjut kemampuan adsorben MCM-48-SH berdasarkan variasi penimbangan bobot adsorben, variasi volume adsorbat, dan penambahan konsentrasi adsorbat serta variasi konsentrasi larutan pendesorpsi.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Duri, B., 1995, A Review in Equilibrium in Single and Multicomponent Liquid Adsorption System, *Rev. in Chem. Eng.*, **11**, 101-143.
- Andika, I.M.D., Simpen, I. N., dan Putra, K. G. D., 2016, Adsorpsi dan Desorpsi Cr(VI) pada Adsorben Batu Cadas Karangasem Hasil Limbah Kerajinan Candi Bali Teraktivasi NaOH dan Tersalut Fe(OH)₃, *Jurnal Kimia*, **10** (1), 125-135.
- Allothman, A.Z., 2012, A Review: Fundamental Aspects of Silicates Mesoporous Materials, *Materials*, **5**: 2874-2902.
- Azmiyawati, C., 2006, Kajian Kinetika Adsorpsi Mg(II) pada Silika Gel Termodifikasi Gugus Sulfonat, *JKSA*, **7** (1), 11-15.
- Babel, S., and Kurniawan, T.A., 2004, Cr(VI) removal from synthetic wastewater using coconut shell charcoal and commercial activated carbon modified with oxidizing agents and/or chitosan. *Chemosphere*, **5** (7), 951-967.
- Beck, S.J., Vartli, C.J., Roth, J.W., Leonowicz, E.M., Kresge, T.C., Schmitt, D.K., Chu, W.T.C., Olson, H.D., Sheppard, W.E., McMullley, B.S., Higgins, B.J., and Schlenker, L.J., 1992, A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates, *J. Am. Chem. Soc.*, **114**: 10834-10843.
- Beckmann, M.P., Betsholtz, C., Heldin, C.H., Westermarck, B., Dimarco, E., Difiore, P.P., Robbins, K.C., and Aaronson, S. A., 2000, Comparison of Biological Properties and Transforming Potential of Human PDGF-A and PDGF-B chains, *Science*, **77**: 34-38.
- Blais, J.F., Dufresne, B., and Mercier, G., 2000, State of The Art of Technologies for Metal Removal from Industrial Effluents, *Rev. Sci. Eau.*, **12** (4): 687-711.
- Buhani, Narsito, Nuryono, Kunarti, E. S., 2009, Amino and Mercapto-Silica Hybrid for Cd(II) Adsorption in Aqueous Solution, *Indo. J. Chem.*, **9** (2), 170-176.
- Buhani, dan Suharso, 2010, Modifikasi Silika dengan 3-Aminopropiltrimetoksisilan melalui Proses Sol Gel untuk Adsorpsi Ion Cd(II) dari Larutan, *J. Sains MIPA*, **16** (3), 177-183.
- Chen, F., Huang, L., Li, Q., 1997, Synthesis of MCM-48 using Mixed Cationic-Anionic Surfactants as Templates, *Chem. Mater.*, **9**, 2685-2686.
- Coasne, B., Galarneau, a., Renzo, F.D., and Pellenq, R.J.M., 2006, Gas Adsorption in Mesoporous Micelle-Templated Silicas: MCM-41, MCM-48, and SBA-15, *Langmuir*, **22** (26), 11097-11105.
- Darmono, 1995, *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, UI Press, Jakarta.
- Ebrahimzadeh, H., Tavassoli, N., Amini, M.M., Fazaeli, Y., Abedi, H., 2010, Determination of Very Low of Gold and Palladium in Wastewater and Soil

- Samples by Atomic Absorption after Preconcentration on Modified MCM-48 and MCM-41 Silica, *Talanta*, **81**, 1183-1188.
- Ekka, B., Rout, L., Kumar, A.S.K.M., Pater, K.R., 2014, Removal Efficiency of Pb(II) from Aqueous Solution by 1-alkyl-3-methylimidazolium Bromide Ionic Liquid Mediated Mesoporous Silica, *J. Env. Chem. Eng.*, 1-9.
- Elias, V.R., Oliva, M. I., Vaschetto, E.G., Urreta, S.E., Eimer, G.A., and Silveti, S.P., 2010, Magnetic Properties of Iron Loaded MCM-48 Molecular Sieves. *J. Magn. Magn. Mater.*, 322, 3438-3442.
- Estiaty, L.M., 2012, Kesetimbangan dan Kinetika Adsorpsi Ion Cu^{2+} Pada Zeolit-H, *Riset Geologi dan Pertambangan*, **2** (2), 127-141.
- Fardiaz, S., 1995, *Polusi Air dan Udara*, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Gang, T., Yongjie, X., and Jun, C., 2015, Isotherm Study on Adsorption Removal of Pb(II) by MCM-41 Zeolit synthesized from Biomass Ash, *International Conf. Sci. Elec. Techno.*, 91-96.
- Gau, A.A., Taba, P., Budi, P., 2015, Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan 3-Aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) dan Uji Adsorpsivitasnya Terhadap Ion Pb^{2+} , *Jurnal Techno*, **4** (2), 23-30.
- Gupta, S.S., dan Bhattacharayya, K.G., 2006, Adsorption of Ni(II) on Clay, *J. Coll. In. Sci.*, **295**, 21-32.
- Handayani, M., Sulistiyono, E., 2009, Uji Persamaan Langmuir dan Freudlich pada Penyerapan Limbah Crom(VI) oleh Zeolit, *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*, 130-136.
- Kresge, C.T., Leonowicz, M.E., Roth, W.J., Vartuli, J.C., Beck, J.S., Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid-crystal Template Mechanism, 1992, *Nat.*, 359, 710-712.
- Krismastuti, F.S.H., Budiman, H., dan Setiawan, A.H., 2008, Adsorpsi Ion Logam Cadmium dengan Silika Modifikasi, *Research Gate*, 1-8.
- Krisnawati, Jasinda, Iriany., 2013, Penjerapan Logam Kadmium (Cd^{2+}) dengan Adsorben Cangkang Telur Bebek yang Telah Diaktivasi, *Jurnal Teknik Kimia USU*, **2** (3), 29-32.
- Kumar, S.P., Kirthika, K., 2009, Equilibrium and Kinetic Study of Adsorption of Nickel from Aquous Solutions onto Bael Tree Leaf Power, *J. Eng. Sci. Techno.*, **4** (4), 351-363.
- Kurniasari, L., Riwayati, I., dan Suwardiyono, 2012, Pektin Sebagai Alternatif Bahan Baku Biosorben Logam Berat, *Momentum*, **8** (1), 1-5.

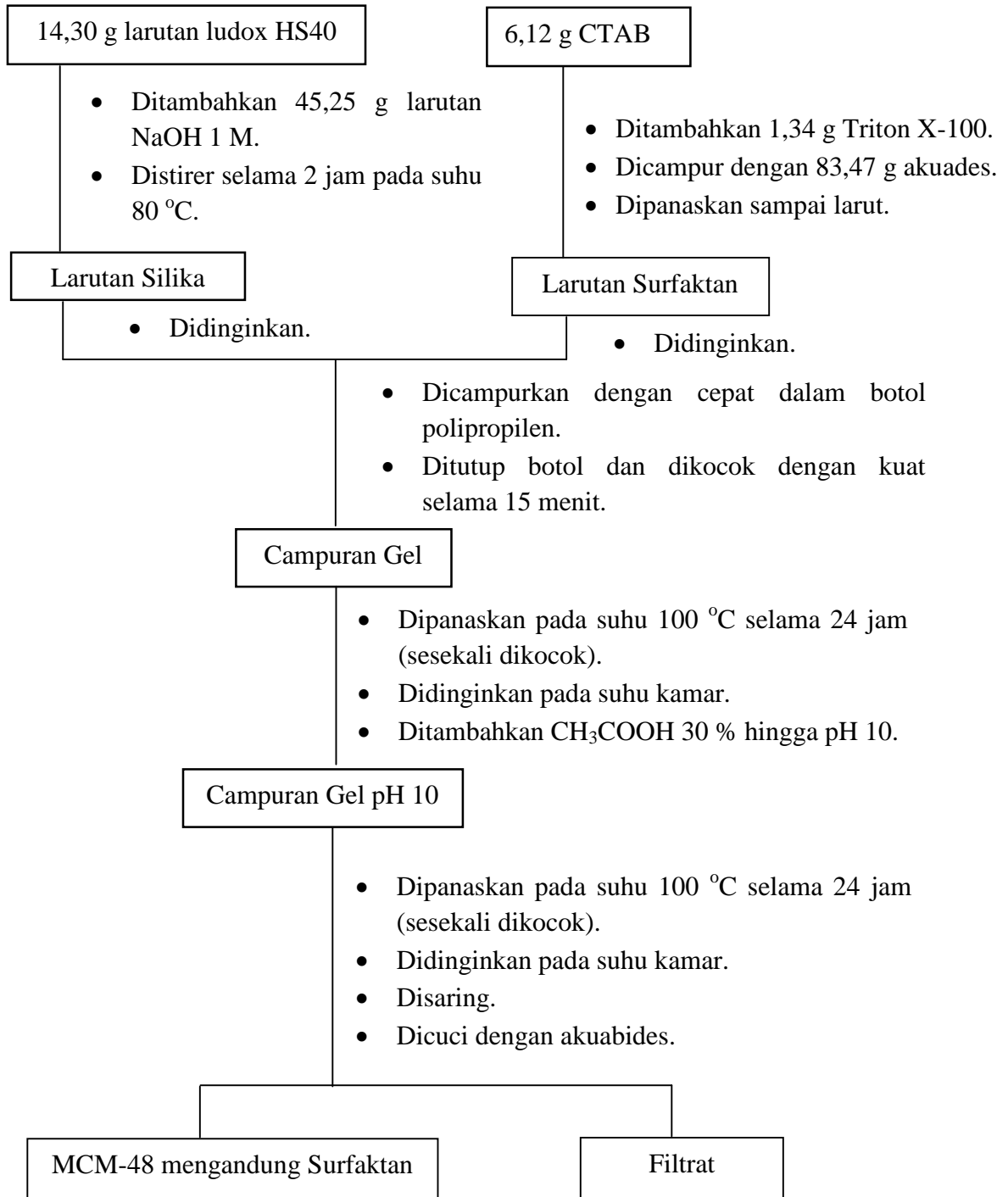
- Li, X., Wi, Z., Li, Q., Ma, J., Zhu, M., 2015, Preparation, Characterization, and Application of Mesoporous Silica Grafted Graphene Oxide for Highly Selective Lead Adsorption, *Chem. Eng. J.*, 1-27.
- Menteri Lingkungan Hidup, 2004, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 51 Tahun 2004 tentang Baku Mutu Air Laut.
- Mohadi, R., Saputra, A., Hidayati, N., dan Lesbani, A., 2014, Studi Interaksi Ion Logam Mn dengan Selulosa dari Serbuk Kayu, *Jurnal Kimia*, **8** (1), 1-8.
- Mokaya, R., 2001, Hydrothermally-induced Morphological Transformation of Mesoporous MCM-41 Silica, *Micropor.Mesopor.Mater.*, 44-45, 119-127.
- Monnier, A., Schuth, F., Huo, Q., Kumar, D., Margolese, D., Maxwell, R.S., Stucky, G.D., Krishnamurty, M., Petroff, P., Firouzi, A., Janicke, M., Chmelka, B.F., 1993, Cooperative Formation of Inorganic-Organic Interfaces in the Synthesis of Silicate Mesostructures, *Sci.*, **261**, 1299-1303.
- Namasivayam, C., dan Radhika, R., 2000, Uptake of Dyes by A Promosing Locally Available Agricultural Solid Waste. *Cior Pith Waste Manage*, **21** (2), 381-387.
- Nishiyama, N., Park, D.H., Koide, A., Egashira, Y., and Ueyama, K., 2001, A Mesoporous Silica (MCM-48) Membrane: Preparation and Characterization, *J. Membr. Sci.*, **182** (1), 235-244.
- Nurlamba, N.S., Zackiyah., dan Siswaningsih, W., 2010, Kajian Kinetika Interaksi Kitosan-Bentonit dan Adsorpsi Diazinon Terhadap Kitosan-Bentonit, *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*, **1** (2), 159-169.
- Nwabanne, J.T., and Igbokwe P.K, 2008. Kinetics And Equilibrium Modeling Of Nickel Adsorption By Cassava Peel. *J. Eng. App. Sci.*, **3** (11), 829-834.
- O cik, J., 1982, “*Adsorption*”, John Wiley & Sons, New York.
- Pagnanelli, F., Toro, L., and Francesco, V., 2002, Olive Mill Solid Residues as Heavy Metal Sorbent Material; A Preliminary Study, *Waste Manage*, **22**, 901-907.
- Palar, H., 1994, Pencemaran dan Toksisitas Logam Berat, Rineka Cipta, Jakarta.
- Park, Y., Jang, H.T., Ko, Y.S., Lee, Y.J., and Marganda, B., 2009, Highly Siliceous MCM-48 from Rice Husk Ash for CO₂ Adsorption, *Int. J. Greenhouse Gas Cont.*, **3** (5), 545-549.
- Pearson, R.G., 1963, Hard and Soft Acids and Bases, *J. Am. Soc.*, **85**, 3533-3539.

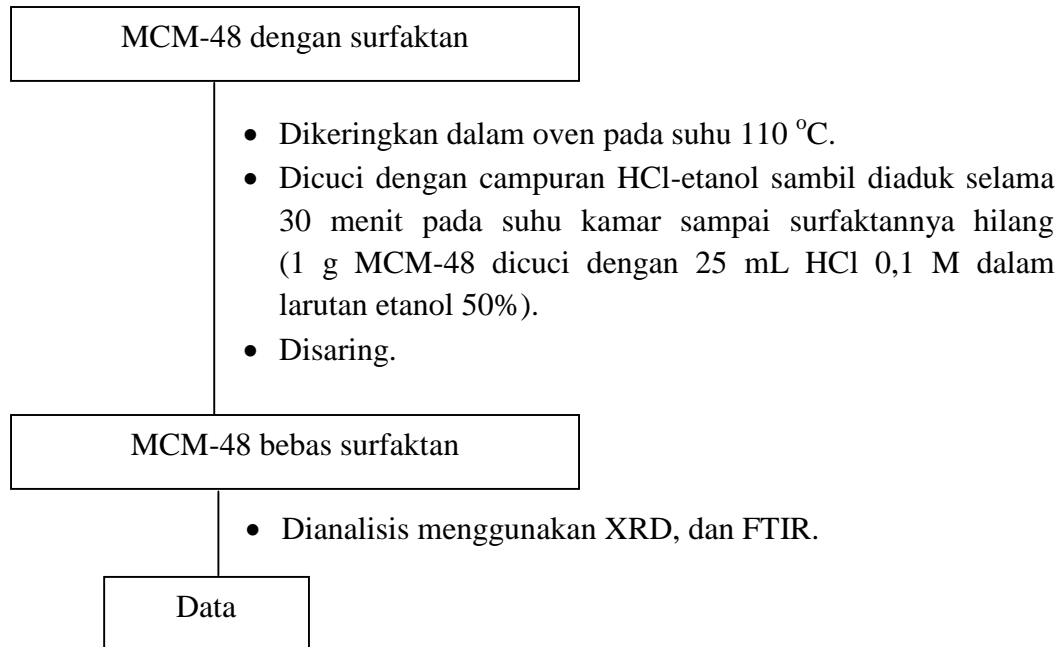
- Pongsendana, M., Taba, P., dan Hala, Y., 2013, Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan Gugus Tiol untuk Adsorpsi Ion Logam Ag(I), *Repository Universitas Hasanuddin*.
- Pratiwi, M. D., Taba, P., dan Hala, Y., 2015, Pemanfaatan Silika Mesopori MCM-48 Termodifikasi 3-Aminopropiltrimetoksisilan Sebagai Adsorben Ion Ni²⁺, *Repository Universitas Hasanuddin*.
- Priadi, C.R., Anita, Sari, P.N., Moersidik, S.S., 2014, Adsorpsi Logam Seng dan Timbal pada Limbah Cair Industri Keramik oleh Limbah Tanah Liat, *Reaktor*, **15** (1), 10-19.
- Purwaningsih, D., 2009, Adsorpsi Multi Logam Ag(I), Pb(II), Cr(III), Cu(II) dan Ni(II) Pada Hibrida Etilendiamino-Silika dari Abu Sekam Padi, *Jurnal Penelitian Sainstek*, **14** (1), 59-76.
- Riwayati, I., Hartati, I., Purwanto, H., dan Suwardiyono., 2014, Adsorpsi Logam Berat Timbal dan Kadmium pada Limbah Batik Menggunakan Biosorbent Pulpa Kopi Terxanthasi, *SNAST.*, 211-216.
- Ruru, E., 2013, *Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan Gugus Tiol untuk Adsorpsi Ion Logam Cd(II)*, Skripsi (tidak diterbitkan), Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Ryoo, R., and Jun, S., 1997, Improvement of Hydrothermal Stability of MCM-41 using Salt Effects during the Crystallization Process, *J. Phys. Chem. B*, **101**, 317-320.
- Ryoo, R., Joo, S. H., Jun, S., 1999, Synthesis of Highly Ordered Carbon Molecular Sieves via Template-Mediated Structural Transformation, *J. Phys. Chem. B*, **103** (37), 7743-7746.
- Sahu, M.K., Mandal, S., Dash, S.S., Badhai, P., Patel, R.K., 2013, Removal of Pb(II) from Aqueous Solution by Acid Activated Red Mud, *J. Envi. Chem. Eng. I.*, 1315-1324.
- Sari, A.Y.P., 2016, *Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan 3-APTMS dan Uji Adsorpsitativitasnya Terhadap Ion Cd²⁺, Cu²⁺, dan Mn²⁺*, Tesis (tidak diterbitkan), Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Sari, A.Y.P., Taba, P., dan Budi, P., 2015, Sintesis Dan Karakterisasi MCM-48 serta Termodifikasi Gugus -NH₂, *Ind. J. Chem. Res*, **3**, 249-253.
- Sawyer, C.N., dan Mc Carty, P.L., 1987, *Chemistry For Engineering*, 3rd ed, Mc Graw-Hill Book Company, New York.

- Sembodo, B., 2005, Isoterm Kesetimbangan Adsorpsi Timbal pada Abu Sekam Padi, *Ekulibrium*, **4** (2), 100-105.
- Shintadevi, N., 2013, *Adsorpsi Brilliant Scarlet oleh Silika Mesopori MCM-48*, Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Sriyanti, Azmiyawati, C., dan Taslimah, 2005, Adsorpsi Kadmium(II) pada Bahan Hibrida Tiol-Silika dari Abu Sekam Padi, *JSKA*, **8** (2), 1-12.
- Stum W, and Morgan, J.J., 1996, *Aquatic Chemistry*, John Wiley and Sons, New York.
- Subowo., Kurniansyah A, M., dan Sukristiyonubowo, 1999, Pengaruh Logam Berat Pb dalam Tanah terhadap Kandungan Pb, Pertumbuhan dan asil Tanam Caisem (Brassica rapa), *Prosiding Seminar Sumber Daya Tanah, Iklim dan Pupuk. Puslittanak*, Bogor.
- Sugiarto, H.K., dan Suyanti, D.R., 2010, *Kimia Anorganik Logam*, Graha Ilmu, Yogyakarta.
- Suherni, 2010, Keracunan Timbal di Indonesia, *The Global Lead Advised and Support Service*, 1-19.
- Sutardi, Santosa S.J., dan Suyanta, 2011, Kinetika Adsorpsi Hg(II) dengan Adsorben MCM-41 dan NH₂-MCM-41 dalam Medium Air, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*, 265-274.
- Sutrisno, H., Arianingrum, R., Ariswan, 2005, Silikat dan Titanium Silikat Mesopori-Mesotruktur Berbasis Struktur Heksagonal dan Kubik, *Jurnal Matematika dan Sains*, **10** (2), 69-74.
- Taba, P., 2001, *Mesoporous Solids as Adsorbent*, PhD Thesis, The University of New South Wales: Australia.
- Taba, P., 2008, Adsorption of Water and Benzene Vapour in Mesoporous Materials, *Makara Sains*, **12** (2), 120-125.
- Taba, P., Hala, Y., Pongsendana, M., Ruru, E., 2013, Thiol-Functionalized Mesoporous Silica, SH-MCM-48 as Adsorbent of Ag(I) and Cd(II), *Proceeding The 2nd International Conference of The Indonesian Chemical Society*, 196-201.
- Treybal, R.E., 1981, "Mass Transfer Operations", International Student Edition, p.p. 565-567, 641, McGraw-Hill Book Company, Inc., Singapura.

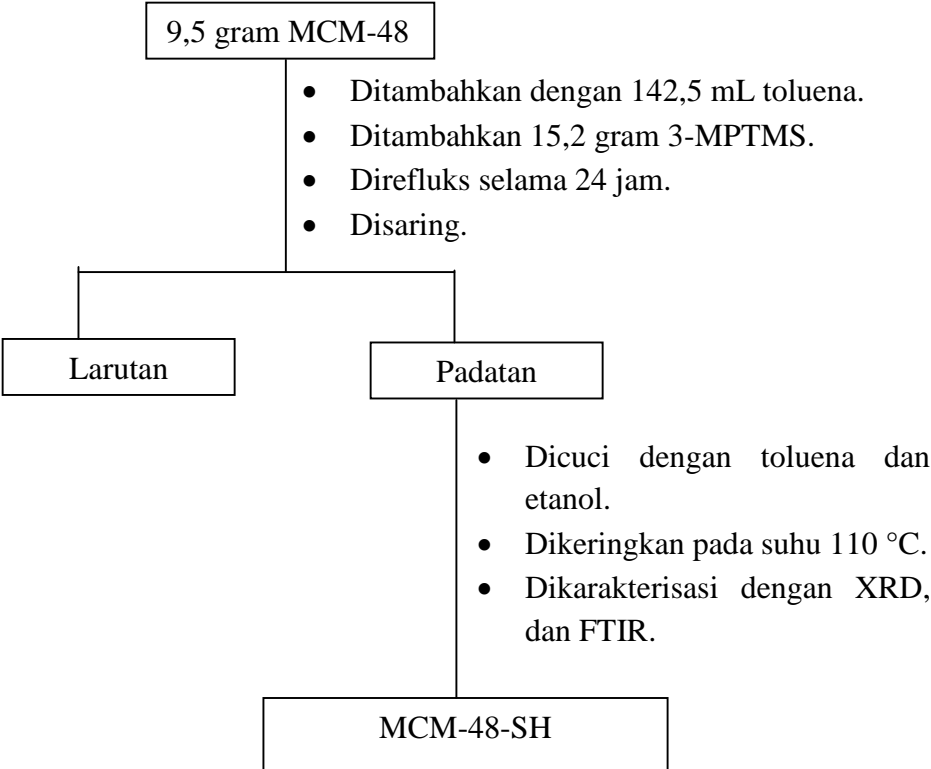
- Wahyuni., dan Widiastuti, N., 2010, Adsorpsi Ion Logam Zn(II) Pada Zeolit yang Disentisi dari Abu Dasar Batubara PT Ipmomi Paiton dengan Metode Batch, *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*.
- Wang, S., and Li, J., 2006, Thiol-Functionalized MCM-48 : An Effective Adsorbent of Mercury Ions, *Chinese Chemical Letter*, **17** (2), 221-224.
- Widowati, W., Sastiono, A., Jusuf, R., 2008, *Efek Toksik Logam*, Penerbit Andi, Bandung.
- Wiyanto, E., Taba, P., dan Hala, Y., 2015, Pemanfaatan Silika Mesopori MCM-48 Termodifikasi 3-Aminopropiltrimetoksisilan Sebagai Adsorben Ion Zn^{2+} , *Repository Universitas Hasanuddin*.
- Wu, S., Li, F., Xu, R., Wei, S., and Li, G., 2010, Synthesis of Thiol-functionalized MCM-41 Mesoporous Silicas and its Application in Cu(II), Pb(II), Ag(I), and Cr(III) Removal, *J Nanopart Res*, **12**, 2111-2124.
- Xie, Y., Wang, J., Wang, M., Ge. X., 2015, Fabrication of Fibrous Amidoxime-Functionalized Mesoporous Silica Microsphere its Selectively Adsorption Property for Pb^{2+} in Aqueous Solution, *J. Hazard.Mater.*, **297**, 66-73.
- Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., Chen, J., 2007, *Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials : Synthesis and Structure*, John Wiley & Sons (Asia), Singapore.

Lampiran 1. Skema Kerja Sintesis Silika Mesopori MCM-48

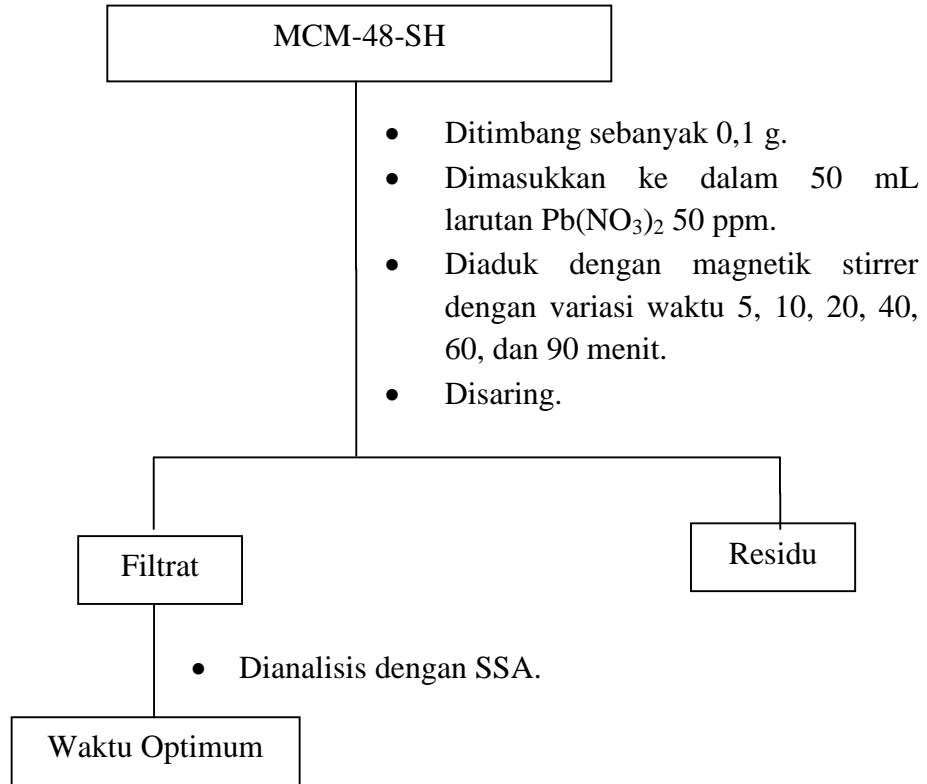




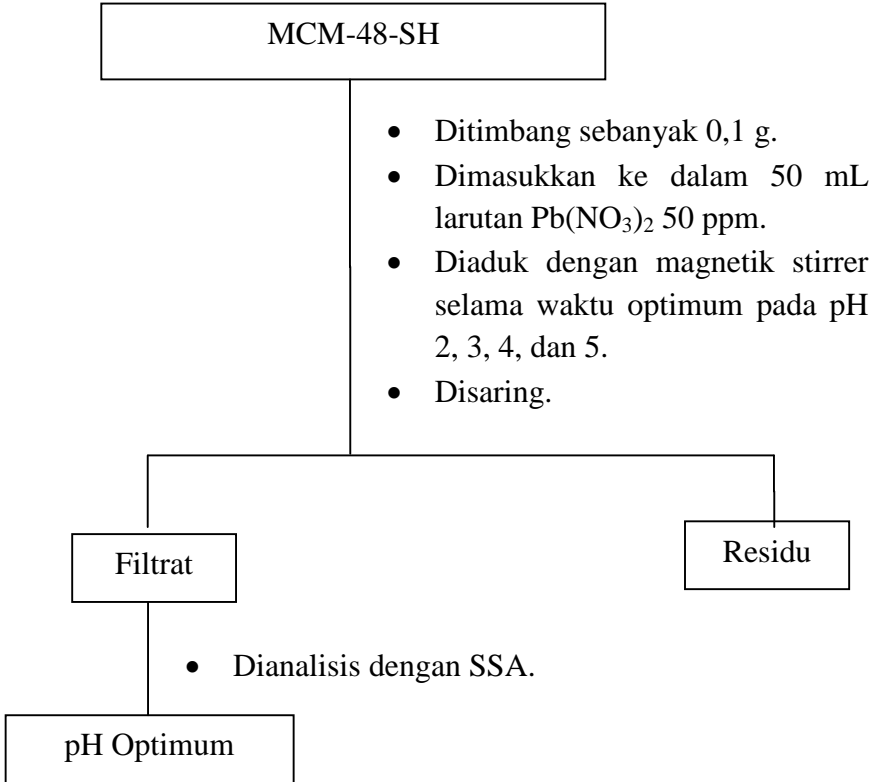
Lampiran 2. Skema Kerja Modifikasi Silika Mesopori MCM-48



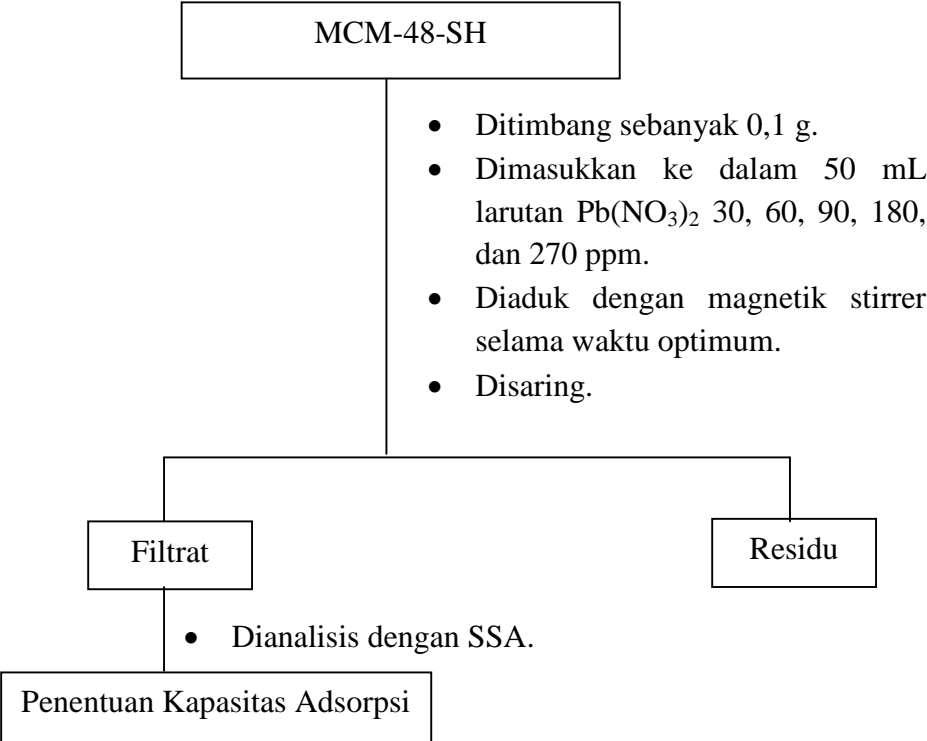
Lampiran 3. Skema Kerja Proses Adsorpsi Untuk Penentuan Waktu Optimum



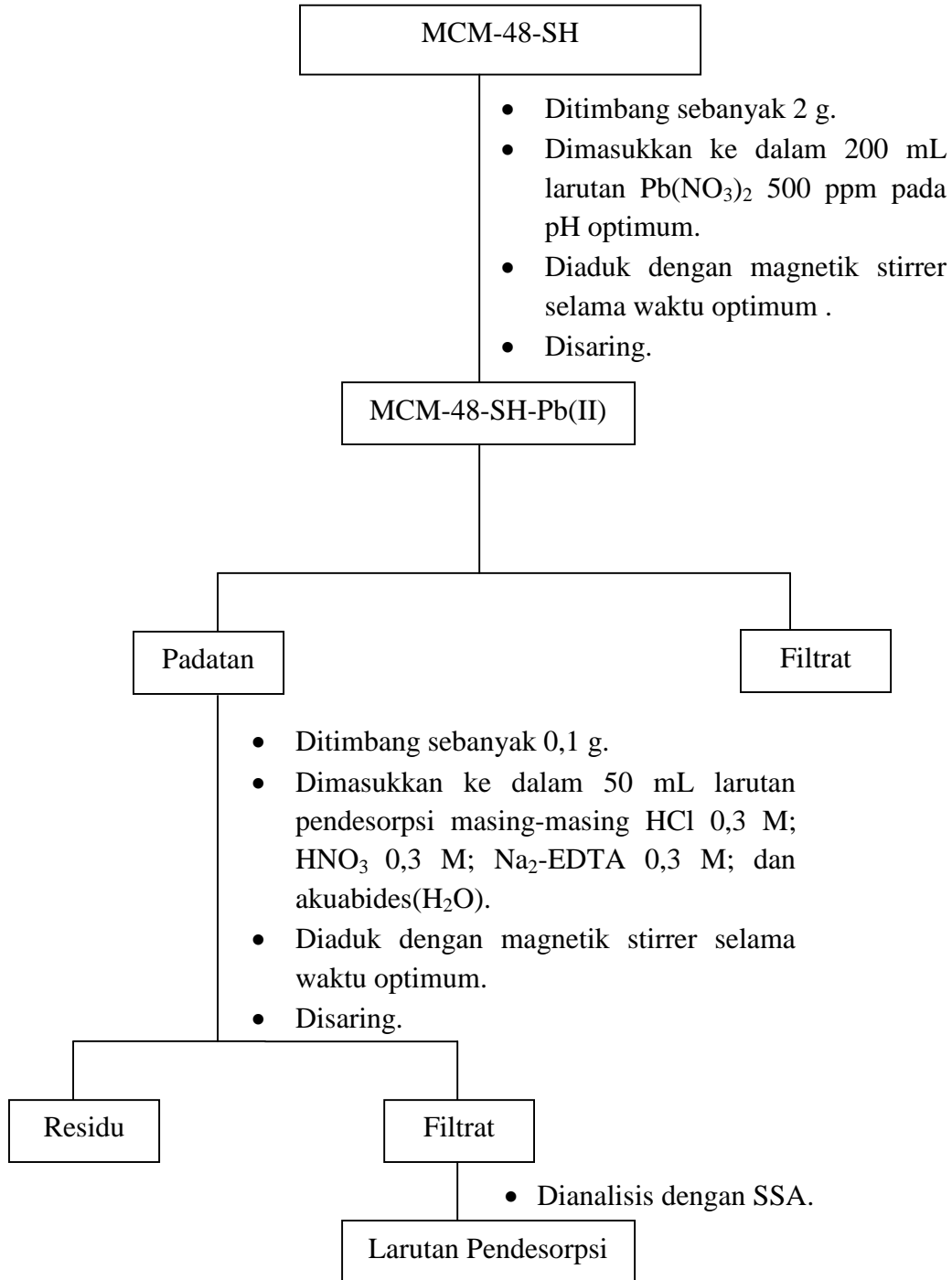
Lampiran 4. Skema Kerja Proses Adsorpsi Untuk Penentuan pH Optimum



Lampiran 5. Skema Kerja Penentuan Kapasitas Adsorpsi

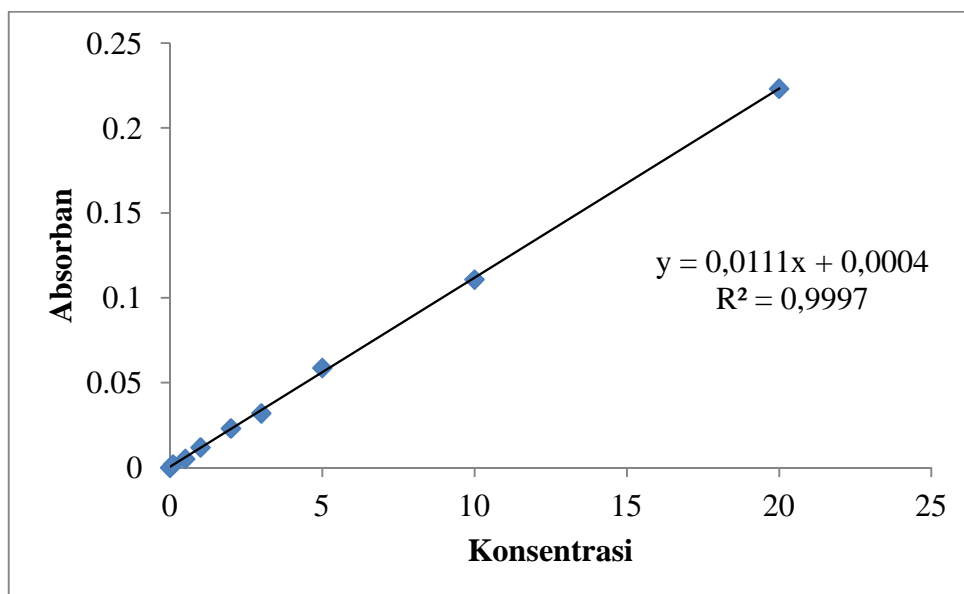


Lampiran 6. Desorpsi ion Pb(II) dari MCM-48-SH



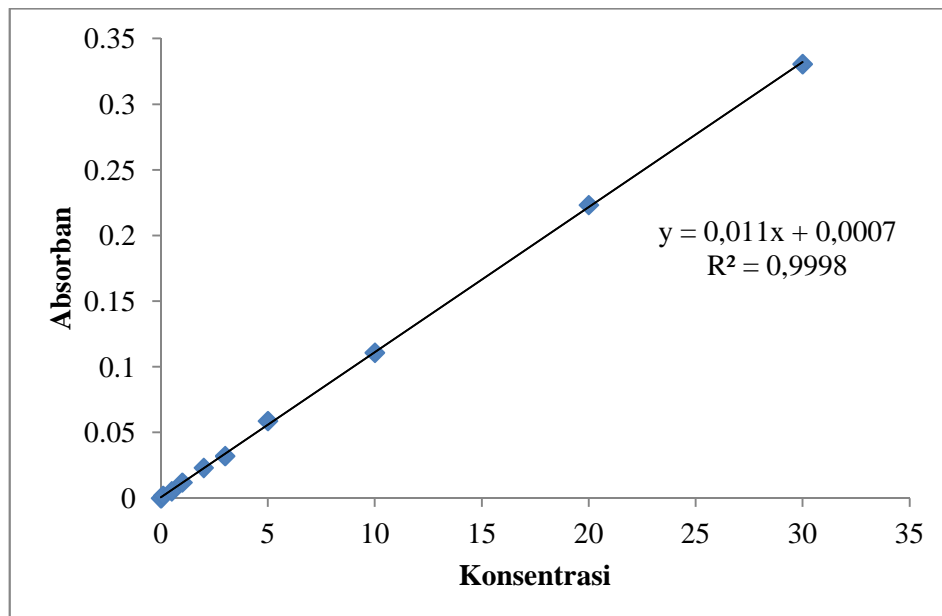
Lampiran 7. Kurva Standar Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Konsentrasi (mg/L)	Absorban
0,0	0,0
0,1	0,001957
0,5	0,005194
1,0	0,011951
2,0	0,023115
3,0	0,032042
5,0	0,058746
10,0	0,110828
20,0	0,223246



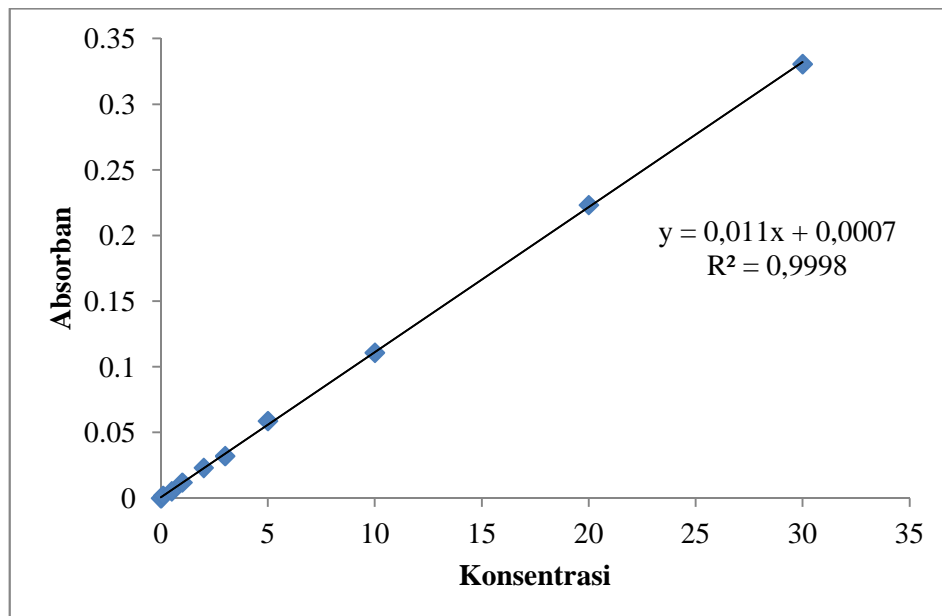
Lampiran 8. Kurva Standar Pengaruh pH Kontak Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Konsentrasi (mg/L)	Absorban
0,0	0,0
0,1	0,001957
0,5	0,005194
1,0	0,011951
2,0	0,023115
3,0	0,032042
5,0	0,058746
10,0	0,110828
20,0	0,223246
30,0	0,33059



Lampiran 9. Kurva Standar Pengaruh Kapasitas Adsorpsi Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

Konsentrasi (mg/L)	Absorban
0,0	0,0
0,	0,001957
0,5	0,005194
1,0	0,011951
2,0	0,023115
3,0	0,032042
5,0	0,058746
10,0	0,110828
20,0	0,23246
30,0	0,33059



**Lampiran 10. Data Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II)
oleh MCM-48-SH**

Waktu (menit)	Adsorben (g)	C_o (mg/L)	C_e (mg/L)	q_e (mg/g)
5	0,1000	46,665	22,0360	12,3145
10	0,1000	46,665	20,0540	13,3055
20	0,1000	46,665	16,2702	15,1974
40	0,1001	46,665	17,1711	14,7322
60	0,1002	46,665	18,5225	14,0431
90	0,1001	46,665	18,6125	14,0218

Jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi dihitung berdasarkan rumus :

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)}{m} V$$

Dimana;

q_e = Jumlah ion logam yang teradsorpsi (mg/g)

C_o = Konsentrasi ion logam sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e = Konsentrasi ion logam setelah adsorpsi (mg/L)

V = Volume larutan ion logam (L)

M = Jumlah adsorben, MCM-48-SH (g)

Contoh perhitungan jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi;

$$q_e = \frac{(46,665 - 22,0360)}{0,1000 \text{ g}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$q_e = 12,3145 \text{ mg/g}$$

Lampiran 11. Data Kinetika Reaksi Orde Satu Semu dan Orde Dua Semu Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

waktu	q _e (mg/g)	q _t	q _e - q _t	log(q _e - q _t)	t/q _t
5	15,1974	12,3145	2,8829	0,45983	0,40603
10	15,1974	13,3055	1,8919	0,276898	0,75157
20	15,1974	15,1974	0	0	1,31601
40	15,1974	14,7322	0,4652	-0,33236	2,71514
60	15,1974	14,0431	1,1543	0,062319	4,27256
90	15,1974	14,0218	1,1756	0,07026	6,41858

Data grafik kinetika orde satu semu diperoleh persamaan garis:

$$y = -0,0034x + 0,2168$$

dari persamaan garis diperoleh nilai slope (a) = 0,0034 dan intercept (b) = 0,2168

Nilai k₁ dapat dihitung sebagai berikut:

$$\text{slope} = - \frac{k_1}{2,303}$$

$$k_1 = - (\text{slope} \times 2,303)$$

$$= - (-0,0034 \times 2,303)$$

$$= 0,0078 \text{ menit}^{-1}$$

Nilai adsorpsi dapat dihitung sebagai berikut:

$$\text{Intercept} = \log q_e$$

$$q_e = \text{invers log } 0,2168$$

$$= 1,6474 \text{ mg/g}$$

Data grafik kinetika orde dua semu diperoleh persamaan garis:

$$y = 0,0711x - 0,0193$$

dari persamaan garis diperoleh nilai slope (a) = 0,0711 dan intercept (b) = 0,0193

Nilai k_2 dapat dihitung sebagai berikut:

$$\text{slope} = \frac{1}{q_e}$$

$$q_e = \frac{1}{0,0711}$$

$$q_e = 14,0647 \text{ mg/g}$$

$$\text{intercept} = \frac{1}{k_2 q_e^2}$$

$$k_2 = \frac{1}{(0,0193) \times (14,0647)^2}$$

$$k_2 = 0,2623 \text{ g.mg}^{-1}.\text{menit}^{-1}$$

Lampiran 12. Data Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) oleh MCM-48-SH

pH	Adsorben (g)	C_o (mg/L)	C_e (mg/L)	q_e (mg/g)
2	0,1000	46,0450	36,6636	4,6925
3	0,1000	44,6815	25,7545	9,4657
4	0,1000	44,6818	20,1811	12,2817
5	0,1000	43,3180	23,1181	10,1040

Jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi dihitung berdasarkan rumus:

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)}{m} V$$

Dimana;

q_e = Jumlah ion logam yang teradsorpsi (mg/g)

C_o = Konsentrasi ion logam sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e = Konsentrasi ion logam setelah adsorpsi (mg/L)

V = Volume larutan ion logam (L)

M = Jumlah adsorben, MCM-48-SH (g)

Contoh perhitungan jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi;

$$q_e = \frac{(46,0450 - 36,6636)}{0,1000 \text{ g}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$q_e = 4,6925 \text{ mg/g}$$

Lampiran 13. Data Pengaruh Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Ion Pb(II) Oleh MCM-48-SH

Konsentrasi	Adsorben	C_o (mg/L)	C_e (mg/L)	q_e (mg/g)	C_e/q_e	log C_e	log q_e
30	0,1000	29,8197	9,0179	10,4008	0,86704	0,95511	1,01707
60	0,1000	59,9999	30,2702	14,8648	2,03637	1,48102	1,17216
90	0,10025	83,4234	51,8918	15,7209	3,30082	1,7151	1,19648
180	0,1000	164,054	118,707	22,6733	5,23555	2,07448	1,35551
270	0,1006	229,8197	188,784	20,3951	9,25633	2,27596	1,30953

Jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi dihitung berdasarkan rumus:

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)}{m} V$$

Dimana;

q_e = Jumlah ion logam yang teradsorpsi (mg·g⁻¹)

C_o = Konsentrasi ion logam sebelum adsorpsi (mg·L⁻¹)

C_e = Konsentrasi ion logam setelah adsorpsi (mg·L⁻¹)

V = Volume larutan ion logam (L)

M = Jumlah adsorben, MCM-48-SH (g)

Contoh perhitungan jumlah ion Pb(II) yang teradsorpsi;

$$q_e = \frac{(29,8197 - 9,0179)}{0,1000 \text{ g}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$q_e = 10,4008 \text{ mg/g}$$

a. Model persamaan isoterma Langmuir

Berdasarkan model isoterma Langmuir diperoleh persamaan garis:

$$y = 0,0444x + 0.6028$$

dari persamaan garis diperoleh nilai slope (a) = 0,0444 dan nilai intersep (b) = 0.6028

Nilai kapasitas adsorpsi dapat dihitung sebagai berikut:

$$\frac{1}{Q_0} = \text{kemiringan (slope)}$$

$$Q_0 = \frac{1}{0,0444} = 25,5225 \text{ mg/g}$$

$$= 0,1088 \text{ mmol/g}$$

Intensitas adsorpsi dapat dihitung sebagai berikut :

$$\frac{1}{Q_0 b} = \text{intersep}$$

$$b = \frac{1}{25,5225 \frac{\text{mg}}{\text{g}} \times 0,6028}$$

$$b = 0,06 \text{ L/mg}$$

b. Model persamaan isoterma Freundlich

Berdasarkan model isoterma Freundlich diperoleh persamaan garis:

$$y = 0,2452x + 0,7932$$

dari persamaan garis diperoleh nilai slope (a) = 0,2452 dan nilai intersep (b) = 0,7932

Nilai kapasitas adsorpsi dapat dihitung sebagai berikut:

$$\log K_f = \text{intersept}$$

$$\log K_f = 0,7932$$

$$K_f = 6,2115 \text{ mg/g}$$

$$K_f = 0,03 \text{ mmol/g}$$

Intensitas adsorpsi dapat dihitung sebagai berikut:

$$\frac{1}{n} = \text{kemiringan (slope)}$$

$$n = \frac{1}{\text{slope}} = \frac{1}{0,2452} = 4,0783 \text{ g/L}$$

Lampiran 14. Perhitungan Pembuatan Larutan Ion Pb(II) 10.000 ppm

$$\text{ppm} = \frac{\text{Ar Pb}}{\text{Mr Pb(NO}_3)_2} \times \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$\text{mg} = \frac{10.000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}}{\frac{207,2 \text{ g/mol}}{331,2 \text{ g/mol}}}$$

$$= 1598,4654 \text{ mg}$$

$$= 1,5984 \text{ g}$$