

Kode / Nama Rumpun Ilmu: / Gizi

**LAPORAN AKHIR PENELITIAN CALON DOSEN
BANTUAN OPERASIONAL PERGURUAN TINGGI NEGERI**



**JUDUL
KOMPARASI DAYA ADSORPSI SILIKA ABU SEKAM PADI DAN SILIKA
AMPAS TEBU DALAM ADSORPSI ION Pb(II)**

Ketua / Anggota Tim :

HANANDAYU WIDWIASTUTI, S.Si., M.Si.

**KEMENTERIAN KESEHATAN REPUBLIK INDONESIA
POLITEKNIK KESEHATAN MALANG
JURUSAN GIZI
MALANG
2018**

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : **Komparasi Daya Adsorpsi Silika dari Abu Sekam Padi dan Silika Ampas Tebu dalam Adsorpsi Ion Pb(II).**

Peneliti Utama

Nama Lengkap : Hanandayu Widwastuti, S.Si, M.Si
NIP : -
Jabatan Fungsional : Calon Dosen
Program Studi : D-III ANAFARMA
Nomor HP : 081554430071
Alamat surel (e-mail) : widwi.hana@gmail.com

Anggota (1)

Nama Lengkap : -
NIP : -
Program Studi : -

Anggota (2)

Nama Lengkap : -
NIP : -
Program Studi : -

Institusi/industri Mitra
(jika ada)

Nama Institusi Mitra : -
Alamat : -
Penanggung Jawab : -
Tahun Pelaksanaan : 2018
Biaya Penelitian : Rp 10.000.000

Malang, Desember 2018

Mengetahui :
Kepala Unit Penelitian Poltekkes,

Ketua,

Dr.Tri Johan Agus Y, S.Kp, M.Kes
NIP. 196508281989031003

Hanandayu Widwastuti, S.Si, M.Si
NIK. 88. 09. 2. 213

Direktur Poltekkes Kemenkes
Malang,

Budi Susatia, SKp, M.Kes
NIP. 19650318 198803 1 002

ABSTRAK

Pencemaran lingkungan merupakan salah satu masalah utama yang dihadapi saat ini. Logam berat, yang merupakan polutan utama saat ini, jumlahnya semakin meningkat seiring semakin meningkatnya kegiatan industri. Timbal merupakan logam berat yang memiliki toksisitas tinggi apabila masuk ke dalam tubuh manusia. Hal ini ditunjukkan dengan nilai LD 50 Pb yaitu 500 mg/kg berat badan. Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001, konsentrasi maksimum Pb(II) yang diijinkan di perairan adalah 0,03 mg/L. Oleh karena itu, keberadaan Pb(II) di perairan perlu dikendalikan agar pencemaran di perairan dapat berkurang

Berbagai metode telah banyak dikembangkan untuk mengurangi kadar logam berat di perairan salah satunya adalah adsorpsi. Adsorben yang banyak digunakan untuk ekstraksi logam berat adalah silika. Salah satu sumber silika yang sangat potensial adalah abu sekam padi dan abu ampas tebu. Abu sekam padi mengandung silika sebesar 86,9% - 97,3% sedangkan abu ampas tebu mempunyai kandungan silika (SiO_2) sebesar 71%.

Pada penelitian ini, akan dibandingkan daya adsorpsi silika dari abu sekam padi dan ampas tebu terhadap adsorpsi Pb(II). Kapasitas tukar kation pada masing – masing adsorben akan diteliti untuk mengetahui kemampuan ikatan silika dengan ion logam dan juga untuk mengetahui seberapa mudah ion terikat dapat tertukar. Karakterisasi kedua adsorben dilakukan dengan analisis gugus aktif menggunakan instrument FT-IR dan analisis permukaan adsorben menggunakan SEM. Kapasitas adsorpsi dan *recovery* akan dianalisis dengan mengukur absorbansi larutan rendemen menggunakan instrumen AAS.

PRAKATA

Alhamdulillahirabbil'alamin, atas rahmat dan hidayah Allah SWT, proposal Penelitian Calon Dosen Tahun 2018 dengan judul "**Komparasi Daya Adsorpsi Silika dari Abu Sekam Padi dan Silika Ampas Tebu dalam Adsorpsi Ion Pb(II)**" dapat diselesaikan.

Penyusunan Proposal Penelitian BOPTN ini tidak terlepas dari dukungan, bantuan, bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada yang terhormat:

1. Direktur Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang yang telah memberikan izin dan dukungan dana untuk melakukan penelitian.
2. Ketua Jurusan Gizi, Ketua Program Studi Diploma III Analisis Farmasi dan Makanan (ANAFARMA) Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang yang telah memberikan dorongan, dukungan dan kesempatan untuk melakukan penelitian.
3. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan proposal penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa proposal penelitian Calon Dosen masih memiliki kelemahan sehingga masukan dan saran sangat diharapkan demi penyempurnaan proposal penelitian ini.

Malang, Desember 2018

Peneliti

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
PRAKATA	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL	vii
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Silika dari Abu Sekam Padi dan Ampas Tebu	4
2.2. Ion Logam Pb(II)	7
2.3. Adsorpsi	9
BAB 3 TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	
3.1. Tujuan Penelitian	10
3.2. Manfaat Penelitian	10
BAB 4 METODE PENELITIAN	
4.1. Jenis dan Desain Penelitian.....	11
4.2. Bahan dan Alat	11
4.2.1. Bahan	11
4.2.2. Alat	11
4.3. Tempat dan Waktu Penelitian	11
4.4. Tahap Penelitian	11

4.5. Cara Kerja Penelitian	11
4.5.1. Preparasi Abu Sekam Padi dan Ampas Tebu	11
4.5.2. Penentuan Kapasitas Tukar Kation	12
4.5.3. Preparasi Analit	13
4.5.4. Penentuan Massa Pb(II) Teradsorpsi dan Terdesorpsi	13
4.6. Analisis Data	13
BAB 5 PEMBAHASAN	15
BAB 6 PENUTUP	16
DAFTAR PUSTAKA	17

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Tipe Gugus Silanol pada Permukaan Silika (a) Gugus Silanol Bebas, (b) Gugus Silanol Jembatan, (c) Gugus Silanol Rangkap	6
Gambar 2.2. Distribusi Spesies Pb(II)	8
Gambar 3.1. Hubungan Linier Kurva Kalibrasi antara Absorbansi dengan Konsentrasi Zn(II)	12

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Komposisi Kimia Abu Sekam Padi dan Ampas Tebu	5
--	---

BAB 1

PENDAHULUAN

3.1. Latar Belakang

Logam berat telah banyak mencemari lingkungan dan akhir – akhir ini kasus keracunan logam berat semakin meningkat jumlahnya. Pencemaran lingkungan akibat logam berat dapat terjadi akibat semakin meningkatnya industri / pabrik yang tidak memperhatikan keselamatan lingkungan. Sumber utama kontaminan logam berat yang membahayakan manusia adalah melalui udara dan air yang mencemari tanah. Air yang tercemar logam berat apabila digunakan di bidang pertanian maupun peternakan akan meracuni tanaman maupun ternak dan akibatnya akan terjadi akumulasi logam berat pada makhluk hidup tersebut. Apabila tanaman dan ternak tersebut dikonsumsi oleh manusia maka akumulasi logam berat tertinggi akan berada pada tubuh manusia sehingga semakin meningkatkan risiko keracunan atau bahaya logam berat pada tubuh manusia itu sendiri. Contoh logam berat yang berbahaya bagi manusia namun banyak digunakan di bidang industri adalah timbal (Pb).

Timbal merupakan logam berat yang memiliki toksisitas tinggi apabila masuk ke dalam tubuh manusia. Hal ini ditunjukkan dengan nilai LD 50 Pb yaitu 500 mg/kg berat badan. Akumulasi Pb(II) dalam tubuh dapat menyebabkan kerusakan hati, gagal ginjal, kerusakan otak, kerusakan pada otot, iritasi, dan gangguan pada sistem saraf (Camel, 2003). Pada tahun 2011, muncul kasus keracunan timbal di China yaitu sekitar 24 anak sekolah dibawa ke rumah sakit karena keracunan dan pihak rumah sakit menyatakan bahwa anak – anak tersebut keracunan timbal diduga karena anak – anak tersebut berasal dari pemukiman yang berada di dekat pabrik baterai (BBC Indonesia, 2011). O'flaherty (2000) juga menyatakan bahwa 90% timbal dalam tubuh manusia dewasa berada pada tulang namun juga berpengaruh terhadap ginjal, sistem saraf pusat dan *peripheral*, dan sistem *hematopoietic*.

Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001, konsentrasi maksimum Pb(II) yang diijinkan di perairan adalah 0,03 ppm. Oleh karena itu, keberadaan Pb(II) di perairan perlu dikendalikan agar pencemaran di perairan

dapat berkurang. Namun, kecilnya konsentrasi Pb(II) di perairan menyebabkan Pb(II) sulit diukur. Oleh karena itu, dibutuhkan metode yang dapat mengatasi kendala pengukuran tersebut.

Salah satu metode yang banyak digunakan untuk mengurangi kadar Pb(II) adalah dengan menggunakan prinsip adsorpsi. Adsorben yang banyak digunakan untuk adsorpsi Pb(II) adalah karbon aktif, zeolit, dan silika. Adsorben yang banyak digunakan untuk ekstraksi logam berat adalah karbon aktif, zeolit, dan silika. Adsorpsi Cd(II) dan Zn(II) dilakukan menggunakan karbon aktif yang diderivasi dari bagasse dan hasilnya menunjukkan bahwa adsorpsi Cd(II) dan Zn(II) sangat rendah pada pH 2.0 namun meningkat 90% - 95% pada pH 4.0 – 6.0 (Mohan, et. al., 2002). Srivastava, et. al. (2008) mempelajari proses adsorpsi Cd(II) dan Zn(II) menggunakan abu sekam padi. Penelitian menunjukkan bahwa pH optimum adsorpsi ion Cd(II) dan Zn(II) adalah pH 6.0.

Penelitian yang dilakukan Tangjuank, dkk (2009) menunjukkan bahwa karbon aktif yang dibuat dari kulit kacang mete dapat digunakan sebagai adsorben ion Pb^{2+} dan Cd^{2+} , yaitu dengan dengan efisiensi sebesar 98,87%. Penelitian lain menyebutkan bahwa Agustiningtyas (2012) melakukan adsorpsi Pb^{2+} menggunakan zeolit yang dimodifikasi menggunakan ditizon. Adsorpsi Pb^{2+} menggunakan zeolit tersebut mencapai 90% pada kondisi pH 6. Salah satu sumber silika di alam yang sangat potensial adalah dari sekam padi dan tebu. Kedua tanaman tersebut merupakan sumber silika peringkat satu dan dua terbanyak di alam. Abu sekam padi memiliki kandungan silika sebesar 86,9% - 97,3% (Wahyuni dan Roestamjah, 1995) sedangkan sedangkan abu ampas tebu memiliki kadar silika sebesar 71% (Batubara, 2009).

Pada penelitian ini, akan dibandingkan daya adsorpsi silika dari abu sekam padi dan ampas tebu terhadap adsorpsi Pb(II). Kapasitas tukar kation pada masing – masing adsorben akan diteliti untuk mengetahui kemampuan ikatan silika dengan ion logam dan juga untuk mengetahui seberapa mudah ion terikat dapat tertukar. Karakterisasi kedua adsorben dilakukan dengan analisis gugus aktif menggunakan instrument FT-IR dan analisis permukaan adsorben menggunakan SEM. Kapasitas adsorpsi dan *recovery* akan dianalisis dengan mengukur absorbansi larutan rendemen menggunakan instrumen AAS.

3.2. Rumusan Masalah

Masalah yang akan dianalisis pada penelitian kali ini adalah :

- a. Bagaimana karakterisasi silika abu sekam padi dan ampas tebu?
- b. Bagaimana kapasitas tukar kation silika abu sekam padi dan ampas tebu?
- c. Bagaimana kapasitas adsorpsi dan efisiensi *recovery* adsorben silika abu sekam padi dan ampas tebu?

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Silika dari Abu Sekam Padi dan Ampas Tebu.

Padi mengandung sekam sekitar 16,3-23,2 %. Sebagian sekam telah dimanfaatkan untuk membakar bata merah, alas kandang ayam dan abugosok. Selain itu sekam juga telah dimanfaatkan untuk berbagai keperluan antarlain sebagai bahan energi alternatif. Abu sekam padi merupakan hasil pembakaran limbah sekam padi. Limbah sekam padi jika dibakar pada suhu 700–900°C akan menghasilkan abusekam antara 16-25 % (tergantung pada variasi iklim dan lokasi geografis persawahan), sehingga untuk 52 juta ton produksi padi per tahun dapat diperoleh abu sebanyak 2,08-3,25 juta ton per tahun. Abu sekam ini mengandung kadar silika tinggi antara 87-97 %, sedikit oksida alkali, alkali tanah, dan unsur-unsur minor lainnya (Enymia dkk., 2009).

Silika yang terdapat dalam abu sekam padi memiliki berbagai macam bentuk tergantung pada waktu dan temperatur pembakaran. Pembakaran pada temperatur tinggi menghasilkan silika berwarna merah muda di mana sebagian silikanya berbentuk kristobalit dan trimidit serta sedikit sekali yang berbentuk kuarsa. Bila pembakaran pada temperatur tinggi dilakukan dengan cepat maka bentuk trimidit akan lebih dominan daripada kristobalit. Pembakaran pada temperatur rendah menghasilkan abu sekam yang agak kelabu dan berstruktur amorf (Mujiyanti, 2007).

Data komposisi abu sekam padi pada Tabel 2.1 menunjukkan tingginya kadar silika dalam abu sekam padi. Hal ini dapat dijadikan acuan untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai prekursor pembuatan bahan berbasis silika. Penggunaan abu sekam padi lebih menguntungkan daripada pasir kuarsa. Hal ini dikarenakan kandungan silika yang tinggi dan abu sekam padi yang memiliki struktur amorf dan tidak sekeras pasir kuarsa sehingga dalam proses destruksi abu sekam padi dapat berlangsung cepat pada temperatur rendah. Salah satu penelitian yang berhasil yaitu penggunaan abu sekam padi sebagai bahandasar pembuatan silika gel untuk keperluan bahan pengisi karet ban

(Enymia dkk., 2009). Komposisi kimia abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Sihotang dan Dian 2009).

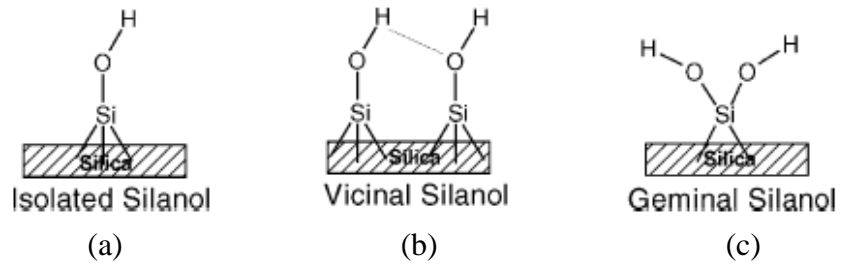
Ampas tebu atau bagas, merupakan limbah yang dihasilkan dari proses ekstraksi batang tebu. Dalam satu kali ekstraksi dihasilkan ampas tebu sekitar 35% - 40% dari berat tebu yang digiling secara keseluruhan. Dari sekian banyak ampas tebu yang dihasilkan, baru sekitar 50% yang telah dimanfaatkan salah satunya sebagai bahan bakar dalam proses produksi tebu. Namun, masih banyak ampas tebu tersisa yang akhirnya menjadi limbah dan perlu penanganan lebih serius agar dapat diolah kembali. Kaur, et. al. (2008) menyatakan bahwa ampas tebu dapat dimanfaatkan sebagai adsorben ion logam berat seperti seng, cadmium, tembaga dan timbal dengan efisiensi berturut – turut sebesar 90, 70, 55, dan 80%.

Abu pembakaran ampas tebu merupakan hasil perubahan secara kimiawi dari pembakaran ampas tebu murni. Ampas tebu digunakan sebagai bahan bakar untuk memanaskan boiler dengan temperatur 550°C - 600 °C dan lama pembakaran setiap 4 – 8 jam dilakukan pengangkutan atau pengeluaran abu dari dalam boiler. Hal ini perlu dilakukan karena jika dibiarkan tanpa dibersihkan akan terjadi penumpukan yang akan mengganggu proses pembakaran ampas tebu berikutnya (Batubara, 2009). Komposisi kimia dari abu ampas tebu dapat dilihat pada Tabel 2.1 berikut.

Tabel 2.1. Komposisi Kimia Abu Sekam Padi dan Abu Ampas Tebu

Komponen	Jumlah (% berat kering)	
	Sekam Padi	Ampas Tebu
SiO ₂	86,90 – 97,30	71
K ₂ O	0,58 – 2,50	8,2
Na ₂ O	0,00 – 1,75	-
CaO	0,20 – 1,50	3,4
MgO	0,12 – 1,96	0,3
Fe ₂ O ₃	<i>trace</i> - 0,54	7,8
Al ₂ O ₃	-	1,9
P ₂ O ₅	0,20 – 2,85	3,0
Cl ⁻	0,58 – 2 50	-
MnO	-	0,2

Untuk mendapatkan silika murni, dilakukan proses pemurnian di bawah kondisi asam (HCl) yang bertujuan menghilangkan oksida – oksida logam dan non logam dalam abu karena HCl yang diberikan akan mengikat oksida logam yaitu Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , K_2O , P_2O_5 , dan MnO menjadi kloridanya dan oksida non logam kecuali silika diubah menjadi asamnya (Harsono, 2009).



Gambar 2.1. Tipe Gugus Silanol pada permukaan silika (a) gugus silanol bebas, (b) gugus silanol jembatan, (c) gugus silanol rangkap.

Struktur permukaan silika berupa gugus siloksan (Si-O-Si) dengan atom oksigen berada pada permukaan, atau beberapa bentuk gugus silanol (Si-OH). Terdapat tiga tipe gugus silanol pada permukaan silika (Gambar 2.1.), yaitu gugus silanol bebas (*isolated silanol*), gugus silanol jembatan (*vicinal silanol*), dan gugus silanol rangkap (*geminal silanol*). Gugus silanol disebut *isolated silanol* apabila pada permukaan atom silikon mempunyai 3 ikatan ke dalam *bulk structure*, sedangkan 1 ikatan yang lain berikatan dengan gugus OH. Gugus silanol jembatan adalah gugus silanol bebas yang berikatan dengan 2 atom silikon berbeda, membentuk ikatan baru melalui ikatan hidrogen. Gugus silanol rangkap (*geminal silanol*) adalah gugus silanol yang mengandung 2 gugus hidroksil yang terikat pada satu atom silikon. Gugus silanol rangkap tidak akan mempunyai ikatan hidrogen apabila jarak antara gugus silanol bebasnya terpisah terlalu jauh (Jal, dkk, 2004).

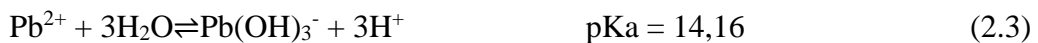
Nilai pK_a silanol pada permukaan antara silika dengan air yaitu (4,9-5,5) dan (8,5-9) dengan kerapatan permukaan (15-19) % dan (81-85) %. Gugus silanol dengan pK_a lebih rendah (4,5-5,5) merupakan jenis gugus silanol bebas yang tidak mempunyai ikatan hidrogen dengan gugus silanol yang berikatan pada atom silikon yang lain, dibuktikan dengan mudahnya

hidrogen pada gugus hidroksil terdisosiasi, dibandingkan dengan gugus silanol yang mempunyai ikatan hidrogen. Gugus silanol yang mempunyai pK_a lebih tinggi (8,5-9) merupakan gugus silanol yang mempunyai ikatan hidrogen pada gugus silanol maupun ikatan hidrogen yang terbentuk karena berikatan dengan air (Jal, dkk, 2004).

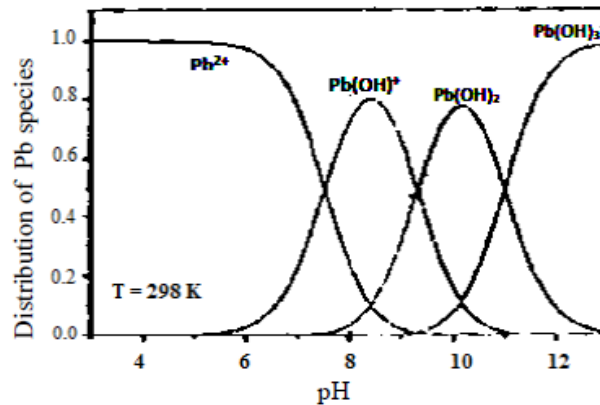
2.2. Ion Logam Pb(II)

Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang menjadi pencemar di perairan. Timbal secara alami dapat ditemukan dalam bebatuan dengan kadar sekirit 13 mg/kg. Pb yang terdapat di tanah berkisar antara 1 – 60 µg/L. Industri yang berpotensi sebagai sumber pencemaran Pb adalah semua industri yang memakai Pb sebagai bahan baku maupun bahan penolong, misalnya industri pengecoran maupun pemurnian. Industri ini menghasilkan timbal konsentrat (*primary lead*), maupun *secondary lead* yang berasal dari potongan logam (*scrap*). Selain itu, pencemaran Pb juga dapat berasal dari industri penghasil baterai, industri pembuatan bahan pewarna, dan industri bahan bakar (Mukono, 2012).

Distribusi berbagai spesies Pb²⁺ yang terbentuk sangat bergantung pH larutan ditunjukkan pada Gambar 2.2. Bila garam Pb dilarutkan dalam air akan terjadi reaksi hidrolisis dengan melepaskan beberapa H⁺ pada pH tertentu (Xue, *et. al*, 2007). Distribusi spesies Pb²⁺ pada berbagai pH ditunjukkan dalam Gambar 2.2 (Xue, *et. al*, 2007).



Xue, *et.al* (2007) menjelaskan bahwa Pb²⁺ keberadaannya akan melimpah pada pH < 6,48. Gambar 2.2 menunjukkan bahwa spesies Pb²⁺ memiliki angka distribusi 1 pada pH 4-6. Hal ini berarti ion Pb²⁺ akan lebih dominan jumlahnya bila dibandingkan dengan Pb(OH)⁺. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan pada pH 5 agar jumlah Pb²⁺ tersedia dalam jumlah yang dibutuhkan.



Gambar 2.2. Distribusi spesies Pb²⁺

2.3. Adsorpsi

Menurut Öztürk and Bektaş (2004) adsorpsi adalah suatu proses mengambil suatu substansi terlarut yang ada dalam larutan pada suatu pemisah yang sesuai. Adsorpsi dibagi menjadi 2 yaitu (Reynold, 1982):

- a. Adsorpsi fisik terjadi terutama karena adanya gaya tarik antar molekul zat terlarut dengan adsorben lebih besar dari pada gaya tarik antara molekul dengan pelarutnya, maka zat terlarut tersebut akan diadsorpsi. Ikatan tersebut sangat lemah sehingga mudah diputuskan apabila konsentrasi adsorben diubah, jadi proses ini berlangsung bolak-balik.
- b. Adsorpsi kimia ikatan antara adsorben dan adsorbat sangat kuat, sehingga sulit untuk dilepaskan dan proses hampir tidak mungkin untuk bolak-balik. Adsorpsi sebagai proses molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika.

Adsorpsi fisik terjadi akibat adanya gaya van der Waals dan berlangsung bolak-balik. Ketika gaya tarik-menarik molekul antara zat terlarut dengan adsorben lebih besar dari gaya tarik-menarik zat terlarut dengan pelarut, maka zat terlarut akan teradsorpsi di atas permukaan adsorben. Adsorpsi kimia yaitu reaksi kimia yang terjadi antara zat padat dengan adsorbat larut dan reaksi ini tidak berlangsung bolak-balik (Wijaya, 2008).

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain:

- a. Luas permukaan adsorben

Luas permukaan adsorben sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak adsorbat yang terserap (Weber, 1972).

b. pH larutan

Pengaruh pH pada proses adsorpsi merupakan fenomena kompleks, antara lain menyebabkan perubahan sifat permukaan adsorben, sifat molekul adsorbat, dan perubahan komposisi larutan (Weber, 1972).

c. Konsentrasi adsorbat

Besarnya konsentrasi adsorbat dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi. Adsorpsi akan konstan jika terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan (Sawyer dan Lewis, 1987).

d. Jenis dan sifat adsorben

Adsorben yang digunakan cenderung bersifat polar akan menyerap adsorben yang bersifat polar, begitu juga sebaliknya. Pengaruh sifat adsorben yang lain adalah kemurnian adsorben dan luas permukaannya (Weber, 1972).

e. Ukuran molekul adsorbat

Ukuran molekul adsorbat menentukan batas kemampuannya melewati ukuran adsorben. Kecepatan adsorpsi menurun seiring dengan kenaikan ukuran partikel, berat partikel dan kompleksitas struktur (Vaisye dan Gupta, 2002).

f. Temperatur

Reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi biasanya eksotermis (melepas panas). Oleh karena itu, adsorpsi akan naik pada suhu yang lebih rendah dan akan turun pada suhu yang lebih tinggi (Sawyer dan Lewis, 1987).

g. Waktu kontak dan pengocokan

Waktu kontak yang cukup dibutuhkan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi. Kecepatan pengocokan diperlukan dalam adsorpsi karena berpengaruh pada kecepatan interaksi antara adsorbat dengan adsorben (Sawyer dan Lewis, 1987)

BAB 3

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

3.1.1. Tujuan Umum

Tujuan umum dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kemampuan kedua adsorben, yaitu silika dari abu sekam padi dan ampas tebu, dalam mengadsorpsi ion logam Pb(II) sehingga dapat menentukan manakah di antara keduanya yang memiliki kemampuan adsorpsi lebih baik.

3.1.2. Tujuan Khusus

Tujuan khusus dari penelitian ini adalah :

- a. Mengetahui karakterisasi silika abu sekam padi dan ampas tebu.
- b. Mengetahui kapasitas adsorpsi silika abu sekam padi dan ampas tebu.
- c. Mengetahui efisiensi *recovery* adsorben silika abu sekam padi dan ampas tebu.

3.2. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah pemanfaatan limbah sekam padi dan ampas tebu menjadi bahan yang efektif digunakan untuk mengurangi pencemaran limbah logam berat. Selain itu, silika dari kedua bahan yang memiliki kapasitas adsorpsi paling tinggi dapat digunakan sebagai bahan dasar membran elektroda untuk deteksi logam pada bahan pangan.

BAB 4

METODE PENELITIAN

4.1. Jenis dan Desain Penelitian

Jenis penelitian ini adalah eksperimental. Variabel bebas pada penelitian ini adalah massa adsorben silika abu sekam padi dan ampas tebu sedangkan variabel terikatnya adalah kapasitas adsorpsi pada adsorben.

4.2. Bahan dan Alat

4.2.1. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi, ampas tebu, HCl 37%, NaOH, NaCl, HNO₃ pekat, Pb(NO₃)₂, dan akuades.

4.2.2. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), pemanas listrik, FT – IR, SEM, pengocok listrik, tanur, oven, desikator, neraca analitik, kertas saring, pH meter, indikator universal, dan peralatan gelas.

4.3. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian akan dilakukan pada bulan Januari – Desember 2018 di Laboratorium Kimia Jurusan Gizi Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang.

4.4. Tahap Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi beberapa tahap, yaitu:

- a. Preparasi sekam padi dan ampas tebu
- b. Penentuan Kapasitas Tukar Kation
- c. Penentuan Massa Pb(II) Teradsorpsi dan Terdesorpsi pada Adsorben

4.5. Cara Kerja Penelitian

4.5.1. Preparasi Sekam Padi dan Ampas Tebu

Sekam padi yang telah dicuci bersih ditimbang sebanyak 100 g kemudian diabukan selama 5 jam pada suhu 900°C, dilanjutkan dengan proses pemurnian silika melalui pencucian abu sekam padi menggunakan 100 ml HCl 6 M dan dipanaskan dengan *hot plate* selama 2 jam. Hasil destruksi dicuci dengan akuades sampai pH netral, dipanaskan 85°C selama 1 jam, kemudian didinginkan,

dihaluskan menggunakan alu-mortar, lalu diayak menggunakan ayakan 120 mesh. Silika yang digunakan adalah silika yang lolos ayakan.

(Prosedur yang sama dilakukan untuk preparasi ampas tebu).

4.5.2. Penentuan Kapasitas Tukar Kation

Adsorben silika dari abu sekam padi dan abu ampas tebu ditimbang sebanyak 0,2 g lalu ditambah dengan larutan NaCl 1 M. Campuran tersebut dikocok selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm kemudian disaring. Endapan yang diperoleh, dikeringkan pada 110°C hingga berat konstan. Endapan yang telah kering tersebut ditambahkan 10 ml larutan baku HCl 0,01 M dan dikocok selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm, kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh dititrasi dengan larutan baku NaOH 0,01 M.

(Prosedur yang sama dilakukan dengan mengganti adsorben menjadi silika dari abu ampas tebu).

4.5.3. Preparasi Analit

Pembuatan larutan induk dilakukan dengan menimbang $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebanyak 0,4 g. Padatan tersebut dilarutkan dengan sedikit akuades dalam gelas kimia lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

Larutan standar Pb(II) dibuat dengan mengencerkan larutan induk menjadi larutan 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 2,0 mg/L. Larutan standar diukur absorbansinya menggunakan AAS. Kurva standar hubungan antara konsentrasi larutan (sumbu X) dan absorbansi larutan (sumbu Y) dapat dibuat dari data absorbansi yang diperoleh dari hasil pengukuran.

4.5.4. Penentuan Massa Pb(II) Teradsorpsi dan Terdesorpsi pada Adsorben

Kedua adsorben masing – masing ditimbang sebanyak 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1,0 g kemudian ditambah 20 ml larutan Pb(II) 100 mg/L pH 5 (diatur menggunakan HNO_3 1M). Campuran dikocok selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh diukur absorbansinya menggunakan SSA.

Adsorben yang telah digunakan untuk adsorpsi dikeringkan pada temperatur 105°C hingga berat konstan. Adsorben tersebut kemudian masing – masing ditambah 20 ml HNO₃ 1M dan dikocok selama 2 jam dengan kecepatan 100 rpm. Campuran disaring, filtrat yang diperoleh diukur absorbansinya menggunakan SSA.

4.6. Analisis Data

Jumlah Pb(II) yang teradsorpsi oleh adsorben silika dari ampas tebu termodifikasi kitosan dapat dihitung dengan rumus ;

$$q = \frac{(C - C_e)V}{W}$$

Keterangan :

V = volume larutan (mL)

W = massa adsorben (g)

C = konsentrasi larutan sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e = konsentrasi larutan setelah adsorpsi (mg/L)

Konsentrasi Pb(II) dalam larutan dapat dihitung dengan menggunakan kurva standar yang dimiliki sesuai dengan Hukum Lambert – Beer, yaitu :

$$A = a.b.C$$

Keterangan :

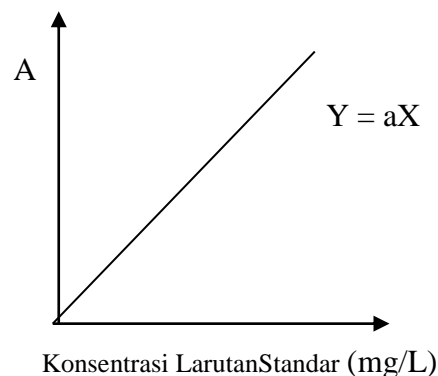
A = absorbansi larutan

a = absorptivitas

b = tebal cuvet (cm)

C = konsentrasi larutan (mg/L)

Kurva standar Pb(II) dibuat dengan mengukur absorbansi dari masing – masing larutan standar sehingga dapat dibuat kurva seperti Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Hubungan Linier Kurva Kalibrasi antara Absorbansi dan Konsentrasi Pb(II)

Keterangan :

Y = absorbansi larutan

a = slope

X = konsentrasi larutan (mg/L)

% Pb(II) teradsorpsi dapat dihitung dengan rumus :

$$\% \text{ Pb(II) teradsorpsi} = \frac{\text{massa Pb(II) teradsorpsi}}{\text{massa Pb(II) awal}} \times 100\%$$

% *recovery* Pb(II) dapat dihitung dengan rumus :

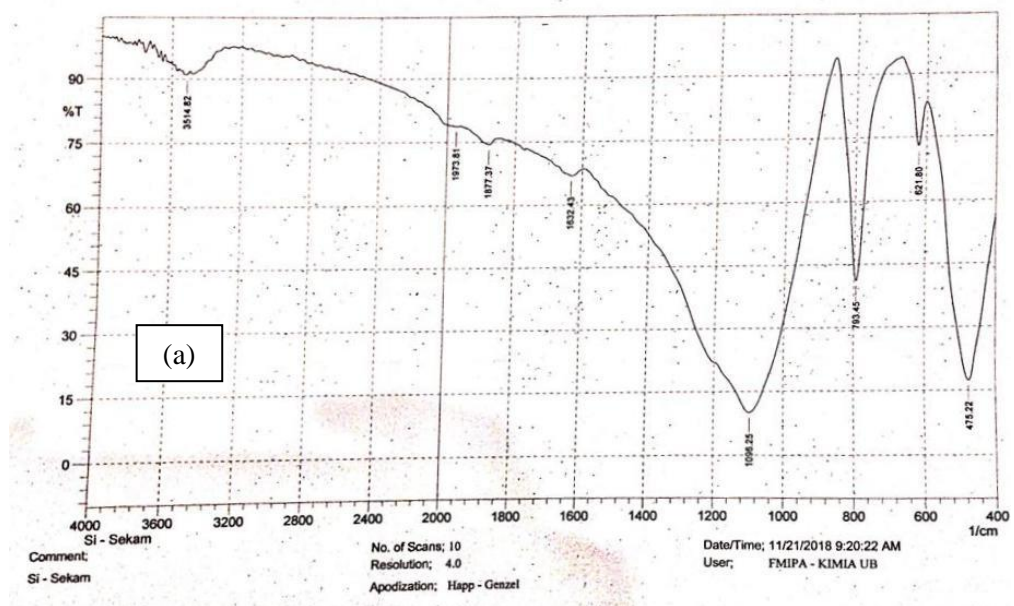
$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{massa Pb(II) terdesorpsi}}{\text{massa Pb(II) awal}} \times 100\%$$

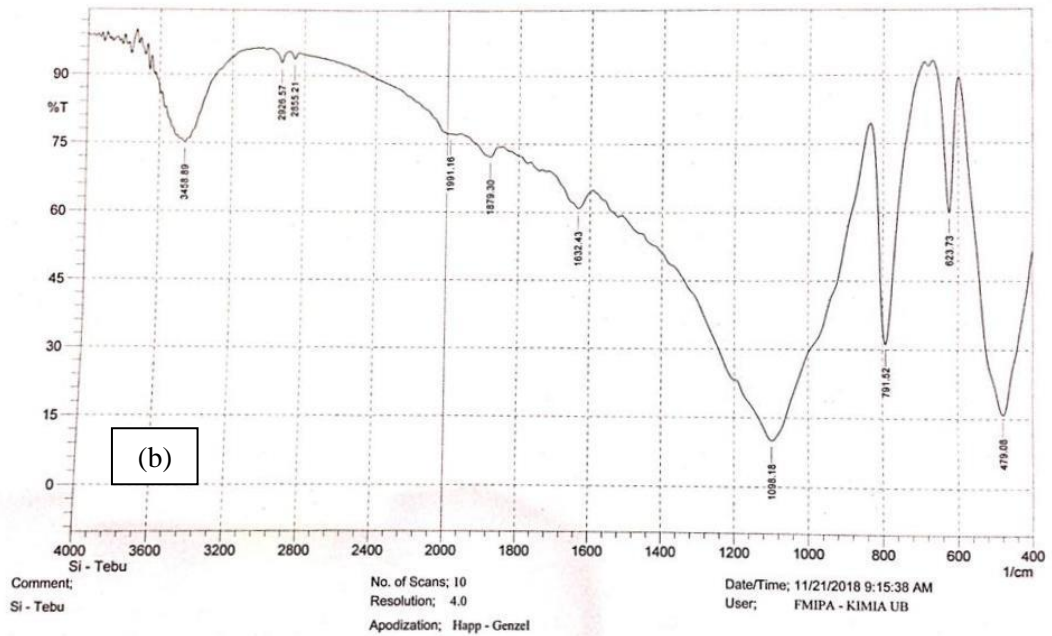
BAB V PEMBAHASAN

5.1. Karakterisasi Adsorben Silika

Adsorben silika diperoleh dua sumber silika terbesar, yaitu sekam padi dan tebu. Untuk mendapatkan silika murni tersebut maka sekam padi dan ampas tebu tersebut didestruksi dengan menggunakan HCl 6M. Senyawa ini digunakan dalam proses pemurnian dalam kondisi asam, HCl akan menghilangkan oksida – oksida logam dan non logam dalam abu karena HCl yang diberikan akan mengikat oksida logam yaitu Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , K_2O , P_2O_5 , dan MnO menjadi kloridanya dan oksida non logam kecuali silika diubah menjadi asamnya (Harsono, 2009).

Adsorben yang telah diperoleh dari hasil destruksi dikarakterisasi untuk mengetahui karakter fisik adsorben yang diperoleh. Berdasarkan data ini dapat dianalisis perbedaan antara kedua adsorben yang mungkin ada dan berpengaruh terhadap kemampuannya bertindak sebagai adsorben. Karakterisasi adsorben dilakukan dengan menganalisis gugus fungsi aktif pada adsorben tersebut. Gambar 5.1 menunjukkan spektra gugus fungsi aktif adsorben Si-sekam dan Si-tebu.





Gambar 5.1. Spektra Gugus Fungsi Aktif Si-Sekam dan Si-Tebu

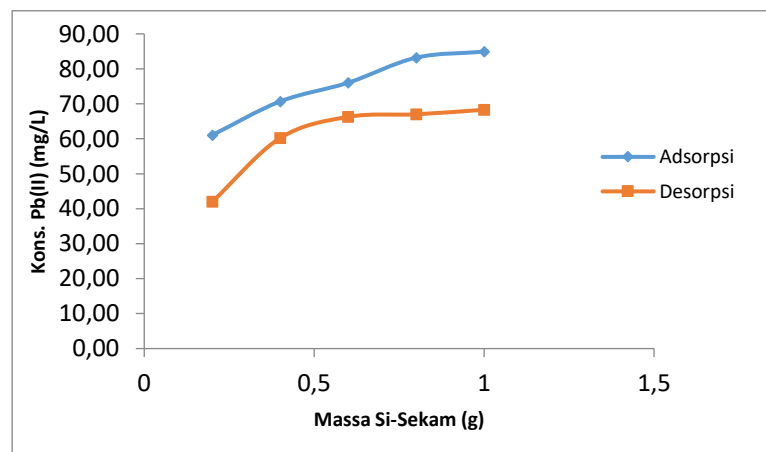
Pada Gambar 5.1. dapat diamati bahwa spektra adsorben Si-sekam dan Si-tebu memiliki spektra yang hampir sama. Titik serapan yang membedakan antara keduanya adalah intensitas serapan yang muncul pada rentang 3200 – 3600 cm^{-1} . Munculnya serapan pada rentang bilangan gelombang tersebut menunjukkan adanya gugus –OH. Gugus ini dimungkinkan berasal dari banyaknya ikatan –OH yang muncul pada saat proses pembentukan adsorben silika. Menurut Jal, et. al. (2014), struktur permukaan silika berupa gugus siloksan (Si–O–Si) dengan atom oksigen berada pada permukaan, atau dapat muncul beberapa bentuk gugus silanol (Si–OH). Dengan memperhatikan spektra yang muncul pada Gambar 5.1 maka diperkirakan telah muncul gugus silanol pada permukaan kedua adsorben tersebut. Gambar 5.1 (b) menunjukkan bahwa intensitas serapan –OH pada spektra Si-tebu lebih besar dan tajam. Hal ini dapat diinterpretasikan sebagai banyaknya gugus silanol yang terbentuk pada permukaan adsorben Si-tebu. Bila dibandingkan antara spektra (a) dan (b) pada Gambar 5.1 dapat disimpulkan bahwa gugus silanol –OH lebih banyak terbentuk pada adsorben Si-tebu dibandingkan dengan Si-sekam. Apabila

jumlah gugus –OH semakin banyak maka dimungkinkan pula bahwa daya adsorpsi Si-tebu lebih besar dibandingkan dengan daya adsorpsi Si-silika.

Karakterisasi adsorben berikutnya adalah dengan melihat struktur fisik permukaan dari adsorben. Struktur fisik ini meliputi jari – jari pori, diameter pori, dan kedalaman pori. Dengan memperhatikan data tersebut maka dapat diperkirakan kemungkinan terjadinya pemerangkapan ion logam secara fisik pada permukaan adsorben. Selain itu, dapat pula diperkirakan seberapa kuat proses adsorpsi yang terjadi dengan membandingkan data tersebut dengan ukuran jari – jari ion Pb(II).

5.2. Kapasitas Adsorpsi Silika Sekam Padi dan Silika Ampas Tebu

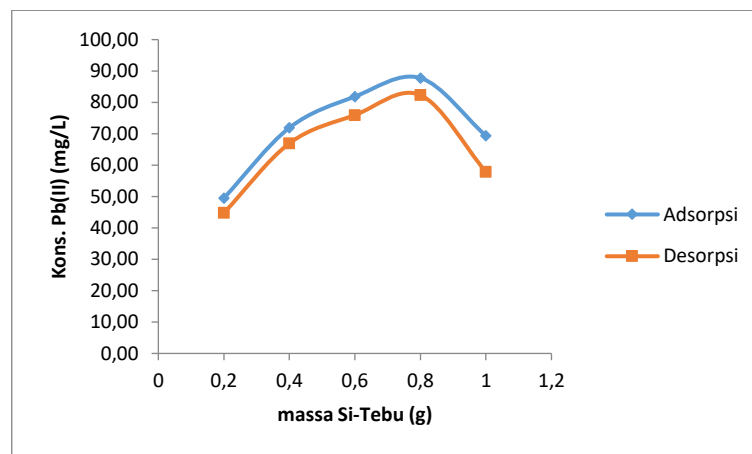
Pada tahapan ini dilakukan variasi massa adsorben terhadap jumlah Pb(II) teradsorpsi. Massa adsorben Si-sekam dan Si-tebu masing – masing divariasikan menjadi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1,0 g. Variasi massa adsorben ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh jumlah adsorben terhadap kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben. Gambar 5.2 menunjukkan grafik massa Si-sekam terhadap konsentrasi Pb(II) teradsorpsi dan terdesorpsi.



Gambar 5.2. Pengaruh Massa Si-Sekam terhadap Jumlah Pb(II) Teradsorpsi dan Terdesorpsi

Gambar 5.2. menunjukkan bahwa penambahan massa adsorben Si-sekam berpengaruh terhadap jumlah Pb(II) yang teradsorpsi. Grafik tersebut menunjukkan bahwa jumlah Pb(II) teradsorpsi cenderung meningkat seiring

dengan bertambahnya massa adsorben. Hal ini sesuai dengan penjelasan Weber (1972) bahwa dengan semakin besarnya luas permukaan adsorben akan semakin meningkatkan jumlah ion yang teradsorpsi. Semakin banyak jumlah adsorben Si-sekam yang digunakan dapat diartikan sebagai metode untuk meningkatkan luas permukaan adsorben. Dengan semakin luasnya permukaan adsorben yang digunakan maka kemungkinan terjadinya kontak dengan larutan ion juga akan semakin besar. Namun, apabila melihat grafik desorpsi Pb(II) pada Gambar 5.2, dapat diamati pada penggunaan massa adsorben Si-sekam lebih besar dari 0,6 g tidak terdapat perbedaan signifikan terhadap jumlah Pb(II) terdesorpsi.



Gambar 5.3. Pengaruh Massa Si-Tebu terhadap Jumlah Pb(II) Teradsorpsi dan Terdesorpsi

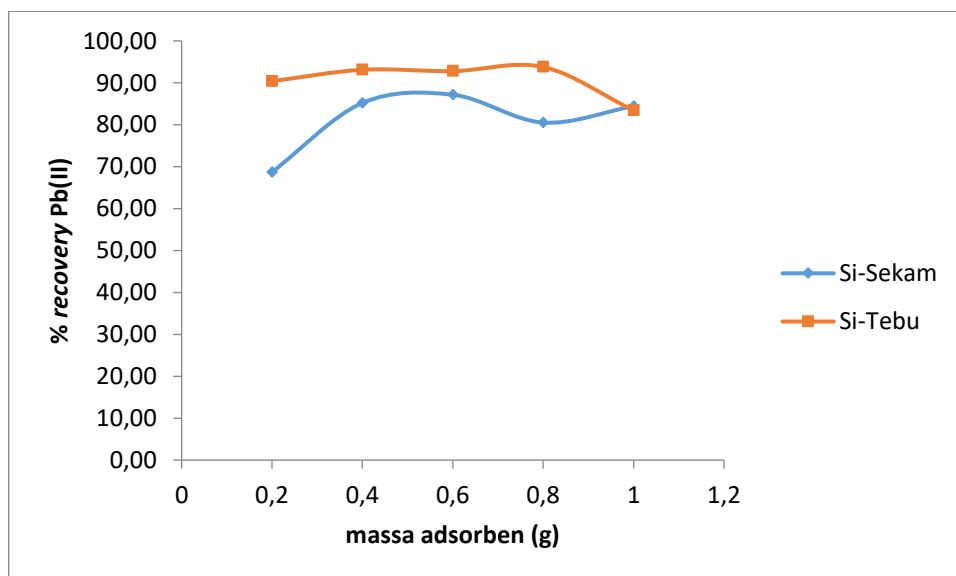
Gambar 5.3 menunjukkan grafik pengaruh massa Si-Tebu terhadap jumlah Pb(II) teradsorpsi dan terdesorpsi. Grafik tersebut menunjukkan bahwa ada Pb(II) yang tetap tertinggal pada adsorben saat dilakukan desorpsi menggunakan HNO₃ 1M sebanyak 20 mL. Data ini menunjukkan bahwa proses desorpsi belum berjalan dengan sempurna. Hal ini dapat terjadi karena beberapa faktor, antara lain waktu kontak yang belum optimum serta kemampuan larutan HNO₃ untuk membentuk ikatan dengan ion Pb(II).

Data pada Gambar 5.2 dan 5.3 menunjukkan bahwa HNO₃ sebagai eluen tidak dapat membentuk ikatan yang cukup kuat dan stabil dengan ion Pb(II). Ion H⁺ dari larutan HNO₃ kemungkinan hanya dapat melepaskan ion

Pb(II) yang terperangkap secara fisik pada permukaan adsorben Si-sekam dan Si-tebu namun tidak cukup mampu untuk memutus ikatan yang terbentuk akibat adanya interaksi antara ion Pb(II) dengan gugus silanol pada adsorben. Untuk meningkatkan kapasitas desorpsi maka perlu digunakan eluen yang mampu membentuk ikatan lebih kuat dengan ion Pb(II) dibandingkan ikatan antara Pb(II) dengan adsorben.

5.3. % Recovery Adsorben Silika Sekam Padi dan Silika Ampas Tebu

Berdasarkan data jumlah Pb(II) teradsorpsi dan terdesorpsi pada pembahasan 5.2 dapat dilakukan analisis terhadap % *recovery* adsorben yang digunakan dalam proses adsorpsi Pb(II). Gambar 5.4 menampilkan grafik % *recovery* adsorben Si-sekam dan Si-tebu.



Gambar 5.4. % Recovery Adsorben Si-Sekam dan Si-Tebu

% *recovery* adsorben merupakan data yang perlu diperhatikan untuk mengetahui seberapa efektif adsorben tersebut dapat digunakan kembali dalam proses adsorpsi. Gambar 5.4 menunjukkan bahwa rata-rata % *recovery* kedua adsorben adalah > 60%. Data ini menunjukkan bahwa secara umum adsorben yang terbuat dari sekam padi dan ampas tebu ini dapat dimanfaatkan sebagai adsorben dan dapat digunakan kembali setelah dikembalikan fungsinya mendekati kondisi awal adsorben. Namun, bila % *recovery* masih berada pada kisaran 60% maka perlu diupayakan untuk

meningkatkan nilai desorpsinya. Dengan meningkatnya nilai desorpsi maka dapat diartikan bahwa ikatan atau interaksi yang terbentuk antara ion teradsorpsi dengan adsorben dapat diputus sehingga gugus fungsi aktif pada adsorben dapat difungsikan kembali untuk mengikat ion lain. Berdasarkan gambar 5.4, dapat diamati pula bahwa Si-tebu memiliki % *recovery* yang lebih baik dibandingkan dengan Si-sekam. Hal ini mungkin terjadi karena perbedaan ukuran pori antara kedua adsorben dimana bila melihat data adsorpsi, desorpsi, serta % *recovery* dimungkinkan bahwa ukuran pori Si-tebu lebih besar dibandingkan dengan Si-sekam. Selain itu, dimungkinkan pula terjadi mekanisme adsorpsi lain selain pertukaran kation.

Interaksi antara ion Pb(II) dengan Si-sekam dan Si-tebu terjadi karena kedua adsorben memiliki gugus fungsi silanol –OH. Gugus fungsi ini aktif pada pH yang diterapkan, yaitu pH 5. Jal, et. al (2014) menjelaskan bahwa pada pH 5, permukaan silika memiliki gugus silanol bebas. Gugus tersebut tidak mempunyai ikatan hidrogen dengan gugus silanol lain sehingga proses pelepasan H⁺ pada –OH akan mudah terjadi. Ion H⁺ yang terlepas dari gugus silanol akan digantikan oleh ion Pb(II) sehingga akan terbentuk interaksi elektrostatik antara ion Pb(II) dengan gugus silanol –OH pada adsorben. Interaksi tersebut dapat terjadi karena ion Pb(II) bersifat elektropositif sedangkan gugus –OH bersifat elektronegatif sehingga keduanya lebih mudah mengalami interaksi. Selain itu, ion H⁺ pada gugus –OH mudah terputus ikatannya karena jari – jari ionnya yang kecil sehingga ion Pb(II) dapat menggantikan H⁺ dengan mekanisme interaksi elektrostatik.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- a. Gugus aktif yang berperan dalam proses interaksi antara ion Pb(II) dan adsorben Si-sekam dan Si-tebu adalah gugus silanol bebas –OH.
- b. Kapasitas adsorpsi maksimum Pb(II) pada Si-sekam adalah 126 mg/g pada 0,6 g massa adsorben sedangkan kapasitas adsorpsi maksimum Pb(II) pada Si-tebu adalah 109,69 mg/g pada 0,8 g adsorben.
- c. Adsorben Si-tebu memiliki % *recovery* sebesar 90,70%.

6.2. Saran

Saran yang diberikan untuk menyempurnakan penelitian ini adalah perlu adanya pengkajian mengenai jenis eluen yang tepat sehingga % *recovery* adsorben dapat ditingkatkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustiningtyas, Z. 2012. **Optimasi Adsorpsi Ion Pb(II) Menggunakan Zeolit Alam Termodifikasi Ditizon**. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Camel, V. 2003. Review: Solid Phase Extraction of Trace Elements. *Spectrochimica Acta Part B*. **58**. 1177–1233.
- Enymia, Suhanda, dan Sulistarihani, N. 2009. Pembuatan Silika Gel Kering dari Sekam Padi untuk Pengisi Karet Ban. *Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia*. **7**. 205-209.
- Harsono, H. 2009. **Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi**. *Jurnal Ilmu Dasar*. **3**. 98-103.
- Jal, P.K., S. Patel, dan B.K. Mishra, 2004. **Chemical modification of Silica Surface by Immobilization of Functional Groups for Extractive Concentration of Metal Ions**. *Talanta*, **62**. 1005–1028.
- Kaur, S. Walia, T.P.S., and Mahajan, R.K. 2008. **Comparative Studies of Zink, Cadmium, Lead, and Copper on Economically Viable Adsorbents**. *Journal Environ Eng Sci* 7: 1 – 8.
- Mujiyanti, D.R. 2010. **Adsorpsi Multilogam Ag(I), Pb(II), Cr(II), Cu(II), dan Ni(II) pada Hibrida Merkapt-Silika dari Abu Sekam Padi**. Universitas Gajah Mada. Jogjakarta.
- Mukono. 2012. **Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya terhadap Kesehatan**. <http://mukono.blog.unair.ac.id/2010/02/11/toksikologi-logam-berat-b3-dan-dampaknya-terhadap-kesehatan/>. Diakses tanggal 31 Agustus 2017.
- Öztürk, N. and T.E Bektaş. 2004. **Nitrate Removal from Aqueous Solution by Adsorption onto Various Materials**. *Journal of Hazardous Materials B112*: 155–162.
- Reynolds, T. D. 1982. **Unit Operations and Process in Enviromental Engineering**. Texas A&M University, Brooks/Cole Engineering Division. Monterey, California, USA.
- Sawyer, C. N. and R.J Lewis. 1987. **Chemistry for Engineering, 3rd edition**, Mc. Graw Hill Book Company. New York.
- Sihotang, A.A.A. dan Dian, S.P. 2009. **Pemanfaatan Limbah Sekam Padi menjadi Arang Aktif Sebagai Adsorben**. Institut Teknologi Bandung. Hal. 3.
- Tangjuank, S., Insuk, N., Tontrakoon, J., and V. Udeye. 2009. Adsorption of Lead(II) and Cadmium(II) Ions from Aqueous Solution by Adsorption on Activated Carbon Prepared from Cashew Nut Shells. *World Academy of Science, Engineering and Technology*. **52**. 110 – 116.

- Vaisye, C.R. and K.S Gupta. 2002. **Modelling Iron-Coated Sand (SMIOCS)**. J.chem Tech and Biotech. Bombay.
- Weber, Jr., W. J. 1972. **Physics Chemical Process for Water Quality Control**, John Willey Interscience, New York.
- Wijaya, H. 2008. **Penggunaan Tanah Laterit sebagai Media Adsorpsi untuk Menurunkan Kadar *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada Pengolahan Limbah Cair di Rumah Sakit Baktiningsih Klepu, Yogyakarta**. Universitas Islam Indonesia. Jogjakarta.
- Xue, X.L, C.L. Chen, X., and K. Wang, 2007. Adsorption Of Pb (II) From Aqueous to Mx-80 Bentonite: Effect Of pH, Ionic Strength, Foreign Ions And Temperature. *Applied Clay Science*. **41**. 37-46.