

Kode>NamaRumpun Ilmu : 112/ Kimia

LAPORAN AKHIR
PENELITIAN DISERTASI DOKTOR



**SINTESIS SILIKA TERMODIFIKASI SULFONAT
DARI ABU SEKAM PADI MELALUI PROSES
SOL GEL SEBAGAI PENUKAR KATION
LOGAM BERAT DALAM LARUTAN**

Peneliti
Siti Sulastri, Dra,MS
NIDN 0019125104

UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
Nopember 2013

Dibiayai oleh DIPA Universitas Negeri Yogyakarta
Dengan Surat Perjanjian Penugasan dalam rangka Pelaksanaan
Program Penelitian Disertasi Doktor Tahun Anggaran 2013
Nomor : 532a/BOPTN/UN34.21/2013 Tanggal 27 Mei 2013

HALAMAN PENGESAHAN

Judul Kegiatan	SINTESIS SILIKA TERMODIFIKASI SULFONAT DARI ABU SEKAM PADI MELALUI PROSES SOL GEL SEBAGAI PENUKAR KATION LOGAM BERAT DALAM LARUTAN
Peneliti /Pelaksana	
Nama lengkap	Dra.SITI SULASTRI MS
NIDN	0019125104
Jabatan fungsional	
Program Studi	Kimia
Nomor HP	081328740848
Alamat e-mail	Sulastri_sunarto@yahoo.com
Institut Mitra	
Nama Institusi	
Alamat	
Penanggung jawab	
Tahun Pelaksanaan	Tahun ke 1 dari rencana 1 tahun
Biaya tahun berjalan	Rp 30.000.000,00
Biaya keseluruhan	Rp 30.000.000,00

Yogyakarta , Nopember 2013

Ketua



Siti Sulastri

NIP/NIK : 195112191978032001



Mengetahui

Dekan FMIPA UNY

Dr. Hartono

NIP/NIK : 196203291987021002



Mengetahui

Ketua LPPM UNY

Prof. Dr. Amik Ghufron

NIP/NIK : 196211191988031001

RINGKASAN

Penelitian ini mempunyai dua sasaran, yaitu meningkatkan nilai manfaat dari abu sekam padi dan mencari upaya untuk dapat memantau adanya limbah ion logam berat dalam lingkungan perairan. Keberadaan ion logam berat dalam air mempunyai dampak yang tidak dikehendaki, bahkan beberapa ion logam sudah sangat membahayakan walaupun dalam konsentrasi runtu yang tidak dapat terdeteksi dengan alat yang lazim tersedia, sehingga diperlukan suatu langkah pendahuluan, yaitu prekonsentrasi. Salah satu cara prekonsentrasi yang melibatkan proses adsorpsi - desorpsi adalah ekstraksi fasa padat.

Pada penelitian ini dipelajari kemungkinan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan adsorben senyawa silika sulfonat untuk kepentingan ekstraksi fasa padat. Sebagai langkah awal adalah mempelajari proses sintesis senyawa sulfonat, dilanjutkan dengan berbagai karakterisasi, yaitu: penentuan gugus fungsi (secara FTIR), analisis termal (secara termogravimetri), kristalinitas (secara difraksi sinar X), porositas dan luas permukaan (secara SAA), kelimpahan unsur dan elektron mikrograf (secara SEM /EDX)

Sesudah diketahui berbagai karakter, langkah berikutnya adalah mempelajari sifat adsorptif, antara lain pengaruh pH, pengaruh waktu dan pengaruh konsentrasi salah satu ion logam berat sebagai adsorbat, yaitu ion logam Cr(III). Kajian tentang pengaruh pH dilakukan terhadap: larutan ion logam tanpa adsorben, larutan tanpa ion logam + adsorben dan larutan dengan ion logam + adsorben. Kajian adsorpsi tentang pengaruh waktu dan konsentrasi ion logam mengacu pada hasil kajian adsorpsi dengan pengaruh pH. Hasil pengukuran adsorpsi dengan pengaruh waktu dipakai untuk menentukan model kinetika adsorpsi untuk masing – masing adsorben. Hasil pengukuran dengan pengaruh konsentrasi ion logam Cr(III) dipakai untuk menentukan model isoterm yang sesuai pada suatu adsorben. Pengukuran konsentrasi ion logam pada proses adsorpsi dilakukan secara spektroskopi serapan atomik. Selanjutnya dipelajari penerapan berbagai adsorben tersebut untuk dijadikan kolom ekstraksi fasa padat untuk ion logam Cr(III)

Berdasarkan data yang diperoleh beserta beberapa perhitungan dapat dinyatakan bahwa: Keberadaan ion logam Cr(III) secara teoretis terdiri atas berbagai spesies yang jumlahnya tergantung pH larutan, dan dalam faktanya ion Cr(III) hanya ada pada pH yang lebih rendah dari 5, berbagai adsorben mempunyai langgam protonasi – de protonasi yang berlainan, dan untuk semua adsorben makin tinggi pH larutan, makin besar jumlah ion Cr(III) teradsorpsi. Adsorpsi untuk mengkaji kinetika maupun keseimbangan dilakukan pada pH 5. Masing – masing adsorben mempunyai model kinetika yang berbeda satu sama lain. Semua adsorben mempunyai kesesuaian dengan model isoterm Langmuir 2 dengan urutan harga Q_{maks} : HSSN > HSSP > HMS > SG, dan mengalami adsorpsi yang bersifat favorabel. Demikian pula pada model isoterm Freundlich dapat dinyatakan bahwa semua adsorben bersifat favorabel pada proses adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan. Pada proses adsorpsi desorpsi secara ekstraksi fasa padat, ternyata sifat adsorptif antara satu adsorben dengan yang lain hampir sama. Namun demikian ternyata pada proses desorpsi mempunyai sifat yang berbeda. Recovery paling tinggi pada adsorpsi desorpsi ion logam Cr(III) adalah pada HSSN. Oleh karena itu dapat dinyatakan bahwa HSSN adalah penukar kation yang reversible dan paling baik untuk adsorpsi desorpsi ion logam Cr(III) secara ekstraksi fasa padat

Kata kunci : adsorpsi - favorabel

PRAKATA

Segala puji dan syukur bagi Tuhan ALLAH SWT Rabb semesta alam, atas ridlo, nikmat dan karunia NYA kami sebagai peneliti dapat melakukan penelitian dan menyelesaikan penyusunan laporan penelitian yang berjudul :”Sintesis Silika Termodifikasi Sulfonat dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol Gel Sebagai Penukar Kation Logam Berat Dalam Larutan”.

Peneliti menyadari bahwa dalam melakukan penelitian sampai dengan penyusunan laporan ini tidak lepas dari bimbingan, arahan, motivasi dan bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini kami sebagai peneliti mengucapkan terima kasih kepada :

1. Rektor Universitas Negeri Yogyakarta, Bapak Prof.Dr.Rochmat Wahab MA yang telah memberikan semua fasilitas Universitas Negeri Yogyakarta untuk kegiatan akademik.
2. Ketua LPPM Universitas Negeri Yogyakarta , Bapak Prof.Dr.Anik Ghufroon dengan semua jajarannya yang telah menyetujui permohonan dana penelitian serta memberikan fasilitas selama kegiatan penelitian.
3. Dekan FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta, Bapak Dr.Hartono dan Ketua Jurusan Pendidikan Kimia, Bapak Dr.Hari Sutrisno yang telah memberikan ijin penggunaan fasilitas laboratorium kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
4. Semua pihak yang telah memberikan bantuan dan tidak dapat disebutkan satu persatu

Kami sebagai peneliti menyadari bahwa laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu diharapkan kritik dan saran yang membangun untuk menuju kesempurnaan. Namun demikian kami sebagai peneliti juga berharap agar isi laporan ini dapat memberikan kontribusi bagi pengembangan ilmu, khususnya ilmu kimia.

Yogyakarta, Nopember 2013

Peneliti

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	1
HALAMAN PENGESAHAN	2
RINGKASAN	3
PRAKATA	4
DAFTAR ISI	5
DAFTAR TABEL	6
DAFTAR GAMBAR	7
DAFTAR LAMPIRAN	8
BAB 1.PENDAHULUAN	9
BAB 2.TINJAUAN PUSTAKA	13
BAB 3.TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	19
BAB 4.METODE PENELITIAN	20
BAB 5.HASIL DAN PEMBAHASAN	23
BAB 6.KESIMPULAN DAN SARAN	33
DAFTAR PUSTAKA	34

DAFTAR TABEL

Tabel 1	Komposisi unsur berbagai adsorben berdasarkan EDX dinyatakan dalam %	24
Tabel 2	Porositas dan Luas Permukaan Adsorben	24
Tabel 3	Protonasi – de protonasi adsorben sebagai fungsi pH	25
Tabel 4	Jumlah Ion logam Kromium(III) Teradsorpsi oleh Berbagai Adsorben (%)	26
Tabel 5	Parameter isoterm Langmuir dan Freundlich adsorpsi ion Cr(III) Pada berbagai adsorben	30

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	spektra SG (a) dan HMS (a)	23
Gambar 2	spectra HSSP (a) dan HSSN (b)	23
Gambar 3	Distribusi spesies ion Cr(III) dalam larutan Sebagai fungsi pH	25
Gambar 4	Kurva kinetika pseudo orde 2 Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSN	26
Gambar 5	Kurva kinetika orde 1 Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSP	27
Gambar 6	Kurva kinetika pseudo orde 1 Adsorpsi ion Cr(III) pada HMS	28
Gambar 7	Kurva kinetika orde 2 Adsorpsi ion Cr(III) pada SG	28
Gambar 8	Kurva isoterm adsorpsi Langmuir 2 (a) dan Freundlich (b) ion Cr(III) pada HSSN	29
Gambar 9	Kurva adsorpsi (a) dan desorpsi (b) ion Cr(III) pada berbagai adsorben	31

DAFTAR LAMPIRAN

- 1. Surat perjanjian internal Nomor : 014/APDD-BOPTN/Un34,21/2013**
- 2. Berita Acara Pelaksanaan Seminar Proposal Penelitian dan daftar hadir peserta seminar**
- 3. Berita Acara Pelaksanaan Seminar Hasil Penelitian dan daftar hadir peserta seminar**

BAB 1

PENDAHULUAN

Peningkatan laju pertumbuhan industri seperti industri dapat membawa pengaruh negatif bagi kehidupan. Salah satu di antaranya adalah terdapatnya limbah bahan berbahaya dan beracun, atau disingkat limbah B3. Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 18 Tahun 1999, limbah B3 adalah sisa suatu usaha dan atau kegiatan yang mengandung bahan berbahaya dan atau beracun yang karena sifat dan atau konsentrasinya dan atau jumlahnya, baik secara langsung maupun tidak langsung dapat mencemarkan dan atau merusakkan lingkungan hidup dan atau dapat membahayakan lingkungan hidup, kesehatan, kelangsungan hidup manusia serta mahluk hidup yang lain. Menurut ketentuan dalam peraturan ini, ion logam berat seperti Pb(II), Ag(I), Cd(II) dan Cr(III) maupun Cr(VI) termasuk limbah B3 dari sumber yang spesifik, yaitu berbagai jenis industri.

Adanya berbagai limbah B3 dalam air dapat menyebabkan air tidak memenuhi persyaratan sebagai air minum berdasarkan ketentuan WHO maupun Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No:173/Men.Kes/Per/VIII/1977 (Sugiharto, 1987) dinyatakan bahwa konsentrasi maksimum yang diperbolehkan untuk ion – ion logam berat tersebut sangat rendah, bahkan lebih kecil dari 1 bpj. Apabila konsentrasinya melampaui batas, dapat menyebabkan beberapa hal yang tidak dikehendaki, antara lain matinya makhluk perairan seperti ikan dan organisme air lain. Jika B3 tersebut berada dalam tanah dapat mengganggu pertumbuhan tanaman. Hal ini sudah dialami beberapa waktu yang lalu yang dikenal sebagai tragedi *Minamata* yang ternyata akhir-akhir ini terulang lagi (kasus Buyat). Demikian pula di Propinsi DIY, tepatnya di daerah penambangan emas, Kokap, Kulonprogo, telah terjadi peristiwa matinya ikan yang diduga karena limbah penambangan emas.

Sebagai langkah antisipasi timbulnya berbagai masalah yang tidak dikehendaki, adanya berbagai ion logam tersebut pada konsentrasi yang sangat rendah atau pada tingkat runtuhan di

dalam bahan lingkungan harus dapat dideteksi. Oleh karena itu diperlukan metoda analisis dengan batas deteksi yang rendah Analisis untuk mendeteksi bahan yang konsentrasinya lebih kecil dari 1 ppm disebut *trace analysis* (Rubinson dan Rubinson, 1998). Metoda yang dapat dipakai, antara lain *Anodic Stripping Voltammetry*, spektroskopi serapan atom, dan fluoresensi sinar X. Instrumen – instrumen yang diperlukan tersebut hanya tersedia fasilitasnya di laboratorium tertentu yang sudah modern. Berdasarkan kenyataan tersebut, perlu kiranya dilakukan proses pemekatan larutan yang berisi ion – ion logam tersebut, agar dapat terdeteksi dengan alat yang lazim tersedia di laboratorium, misalnya spektrofotometer spektronik 20.

Proses pemekatan disebut juga prekonsentrasi dapat dilakukan dengan berbagai macam cara. Proses pemekatan yang paling sederhana adalah dengan mengurangi volume pelarut dengan cara pemanasan. Pada proses ini zat terlarut kemungkinan ikut menguap karena peningkatan suhu. Proses pemekatan lain adalah dengan alat penguapan vakum (*vacuum rotary evaporator*) yang alatnya juga belum tentu tersedia di setiap laboratorium. Oleh karena itu perlu dicari upaya untuk proses pemekatan dengan alat yang sederhana dan tidak diikuti berkurangnya zat terlarut.

Ekstraksi fasa padat (*solid phase extraction*) merupakan salah satu teknik pemekatan melalui proses adsorpsi-desorpsi, sampai saat ini masih dikembangkan. Teknik prekonsentrasi ini dapat digunakan untuk meningkatkan konsentrasi ion logam berat dalam sampel sistem perairan sehingga berada pada kisaran yang dapat terdeteksi dengan metode analisis yang lazim. Prekonsentrasi dengan cara ekstraksi fasa padat telah dilakukan pada penelitian Tokman dkk. (2003); yang telah menerapkannya untuk prekonsentrasi ion – ion logam dalam air laut sebelum dianalisis secara spektroskopi serapan atom memakai tungku grafit. Teknik ini mempunyai keunggulan jika dibandingkan dengan teknik lain, terutama karena biayanya kecil dan bahan adsorben yang digunakan biasanya dapat digunakan ulang (*reusable*). Pada teknik ini, adsorben yang digunakan pada umumnya adalah bahan yang memiliki sisi aktif pada permukaan serta mempunyai luas permukaan sentuh besar.

Silika merupakan salah satu padatan anorganik dapat berstruktur kristalin, seperti kristobalit dan kuarsa. Dapat juga berstruktur amorf seperti silika gel yang dapat digunakan untuk keperluan adsorpsi karena memiliki gugus silanol $\equiv\text{Si-OH}$ dan siloksan $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ yang merupakan sisi aktif pada permukaannya. Jika silika gel digunakan sebagai adsorben kation, terutama logam, maka media yang biasa digunakan adalah air. Silika gel dengan adanya gugus silanol pada permukaan akan mengadakan interaksi dengan molekul air. Air akan menyebabkan

deaktivasi pada permukaan, sehingga interaksinya pada proses pemisahan menjadi lemah karena daya retensinya menurun (Scott, 1993). Kelemahan lain dari silika gel adalah karena gugus silanol mempunyai sifat keasaman yang lemah. Kecuali itu gugus silanol mengandung atom oksigen sebagai donor yang sifatnya juga lemah (Tokman, 2003). Dalam rangka memperbaiki sifat dan untuk perluasan bidang pemanfaatan, maka dilakukan proses modifikasi. Proses modifikasi pada prinsipnya adalah dengan mengubah gugus $\equiv\text{Si-OH}$ menjadi $\equiv\text{Si-OM}$, di mana M adalah beberapa spesies baik sederhana atau kompleks selain H (El Shafei, 2000). Silika berstruktur amorf termodifikasi, disebut juga silika gel termodifikasi dan untuk selanjutnya disingkat silika termodifikasi. Bahan ini dapat digunakan sebagai adsorben pada sistem ekstraksi fasa padat.

Pada pembuatan silika termodifikasi yang akan digunakan untuk adsorpsi ion logam berat, salah satu situs aktifnya berupa gugus sulfonat ($-\text{SO}_3^-\text{H}^+$). Adsorben ini dapat dibuat melalui pengikatan senyawa merkapto (tiol, $-\text{SH}$) pada silika gel dan dilanjutkan oksidasi terhadap gugus tiol tersebut untuk menghasilkan gugus sulfonat. Teknik untuk mengadakan modifikasi dengan spesies yang mengandung gugus merkapto yang sudah dilaporkan adalah dengan mereaksikan merkaptopropiltrimetoksisilan (MPTS) dengan salah satu jenis silika, yaitu aerosil dalam media toluena (Tertykh dan Yanishpolski, 2000). Prosedur ini masih dilakukan juga oleh Shylesh, dkk.(2004)

Imobilisasi dengan cara tersebut memiliki beberapa kelemahan antara lain efektivitas pengikatan gugus rendah dan kondisi reaksi harus bebas air. Oleh karena itu kajian teknik modifikasi gugus aktif pada silika masih perlu dilakukan. Dalam penelitian ini akan dipelajari proses modifikasi dengan gugus yang sama, yaitu gugus tiol melalui proses sol-gel. Dalam proses ini, senyawa yang mengandung gugus merkapto ditambahkan bersamaan dengan pemberian asam sehingga pengikatan gugus aktif berlangsung bersamaan dengan proses pembentukan gel. Selanjutnya terhadap silika termodifikasi merkapto ini dilakukan proses oksidasi sehingga menjadi silika termodifikasi sulfonat.

Sebagai sumber silika untuk proses sol-gel dapat digunakan beberapa bahan baku antara lain tanah diatomit yang berasal dari deposit ganggang laut, batang bambu, dan juga jerami padi (Kondo, 1996), pasir kuarsa (Scott, 1990), dan abu sekam padi (Savita dkk,1997, Kalapathy dkk, 2000; Nuryono dkk., 2004) setelah melalui proses peleburan dengan larutan basa untuk

mendapatkan natrium silikat. Biasanya natrium silikat dibuat dengan memanaskan campuran pasir dengan natrium hidroksida atau natrium karbonat pada suhu yang tinggi (Scott, 1993)

Indonesia setiap tahun mampu memproduksi 1,3 sampai 3,0 juta ton abu sekam padi (ASP), sekitar 20 %, dari padi yang dihasilkan 50 juta ton setiap tahunnya (Priyosulistyo dkk., 1999). Pemanfaatan abu sekam padi sampai saat ini masih terbatas sebagai bahan penggosok dan campuran pembuatan genteng dan bata yang dilakukan secara konvensional. Secara kimia, abu sekam padi mempunyai kandungan silika (campuran amorf dan kristal) lebih dari 90% dan sisanya oksida dari beberapa logam. Tingginya kandungan silika membuat abu sekam padi memiliki potensi yang besar sebagai sumber silika pada pembuatan bahan berbasis silika, yang pada umumnya menggunakan pasir kuarsa. Penggunaan abu sekam padi lebih menguntungkan dibandingkan pasir kuarsa karena mineral kuarsa dalam pasir memiliki kristalinitas tinggi dan sangat stabil sehingga peleburan harus dilakukan pada temperatur yang relatif tinggi. Abu sekam padi dengan kandungan silika kira-kira sama dengan dalam pasir kuarsa, memiliki struktur amorf sehingga temperatur peleburan tidak terlalu tinggi dan waktu yang digunakan tidak lama.

Masalah yang diharapkan dapat diselesaikan melalui penelitian ini, yaitu :

Berbagai faktor–faktor yang berpengaruh pada sintesis silika termodifikasi merkapto dari abu sekam padi melalui proses sol gel, berbagai faktor yang berpengaruh pada proses oksidasi silika termodifikasi merkapto menjadi silika termodifikasi sulfonat dengan berbagai oksidator, karakter silika termodifikasi sulfonat dari abu sekam padi sebagai penukar kation salah satu ion logam berat, yaitu ion Cr(III). Karakter sebagai penukar kation ini berkaitan dengan karakter adsorptif dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cr(III) dalam larutan serta karakter adsorben hasil sintesis jika digunakan sebagai fasa padat pada proses adsorpsi desorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan secara ekstraksi fasa padat.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

Modifikasi silika gel dengan gugus merkapto dilakukan melalui reaksi silika gel dengan senyawa yang memiliki gugus merkapto. Metode modifikasi ini memerlukan kondisi bebas air (biasanya dalam pelarut toluena) dan efisiensi pengikatan rendah. Penelitian tentang modifikasi silika gel dengan gugus merkapto telah dilakukan oleh beberapa peneliti terdahulu. Modifikasi gugus thiol atau merkapto yang dilakukan dengan mereaksikan silika gel dengan MPTS dalam toluena dengan proses reflux selama waktu tertentu telah dilakukan oleh beberapa peneliti yang lain, yaitu. Viera dkk. (1999), Sylesh dkk. (2004), Blitz dkk (2007), dan Gupta dkk (2007). Modifikasi gugus thiol yang dilakukan dengan TEOS atau senyawa alkoksisilan yang lain sebagai silika prekursor yang dilakukan dengan proses sol gel dan kemudian dilanjutkan proses oksidasi menjadi sulfonat juga telah dilakukan oleh beberapa peneliti, antara lain Chang Chen dkk. (2008), Yang dkk.(2005), Tomiko dkk (2008) dan Ruirong Guo dkk. (2007)

Penelitian ini akan mempelajari pembuatan silika termodifikasi merkapto yang kemudian dikonversi menjadi silika termodifikasi sulfonat. Prosedur yang dipakai merupakan adaptasi dari prosedur yang telah dilakukan oleh Tomiko dkk.(2008) dengan beberapa modifikasi. Tomiko dkk.(2008) memakai TEOS sebagai prekursor sumber silika dan proses oksidasinya menggunakan H₂O₂. Pada penelitian ini dipakai natrium silikat dari abu sekam padi. Modifikasi yang lain adalah pemakaian HNO₃ sebagai oksidator. Senyawa thiol (mempunyai gugus –SH) atau merkaptan akan teroksidasi apabila ditambah HNO₃ (Allinger, dkk. 1976 ; Wade , dkk. 2006, dan Yurkanis, 2007). Adapun persamaan reaksinya adalah sebagai berikut (Yurkanis, 2007) :



Pada proses oksidasi thioalkohol atau thiol yang mengalami perubahan hanyalah gugus –SH saja (Allinger dkk., 1976).

Terhadap hasilnya dilakukan karakterisasi. Beberapa karakterisasi yang dilakukan adalah analisis FTIR, difraktometri sinar X, SEM dan EDX, analisis termal, penentuan luas permukaan dan porositas, serta penentuan sifat adsorben sebagai penukar kation logam berat Cr(III). Sifat adsorben sebagai penukar kation ini berkaitan dengan dengan karakter adsorptif dari adsorben hasil sintesis terhadap ion logam Cr(III) dalam larutan serta karakter adsorben hasil sintesis pada penerapannya sebagai fasa padat untuk proses adsorpsi desorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan secara ekstraksi fasa padat.

Penelitian tentang pemanfaatan silika gel berdasarkan sifat adsorptifnya sudah banyak dilakukan, di antaranya dilakukan oleh Ohta (2004), yang telah memanfaatkan silika gel murni sebagai fasa diam dalam kromatografi ion. Silika gel murni yang digunakan diperoleh dari proses hidrolisis TEOS yang murni. Dalam penelitian tersebut dilakukan pemisahan ion logam dengan kromatografi pertukaran ion dengan eluen campuran senyawa aromatik monoamina dengan adanya penambahan asam oksalat pada berbagai variasi konsentrasi baik dengan dan tanpa tambahan 18 crown 6. Beberapa ion yang dipisahkan adalah kation – kation monovalan dan divalen, yaitu golongan alkali dan alkali tanah.

Penelitian tentang ekstraksi fasa padat menggunakan silika termodifikasi telah banyak dilakukan. Tokman,dkk. (2003) telah melakukan proses prekonsentrasi dengan *solid phase extraction* dalam alat suntik (*syringe*) untuk beberapa ion logam dalam larutan, yaitu bismuth, timbal dan nikel dengan konsentrasi masing–masing 0,05 ppm. Dalam penelitian tersebut digunakan fasa padat silika gel yang termodifikasi senyawa 3-aminopropiltrioksisilan (3 – APTS). Pada penelitian tersebut dipelajari pengaruh pH dan jenis eluen yang digunakan. Hasil menunjukkan bahwa penjerapan timbal dan nikel dipengaruhi oleh pH sedangkan bismuth tidak. Pada penelitian tersebut digunakan beberapa jenis eluen.Recovery paling tinggi diperoleh untuk eluen HCl 2 M untuk 5 mL larutan dengan konsentrasi 0,05 mg/L.

Ekstraksi fasa padat (*solid phase extraction*) dengan silika gel termodifikasi juga telah dilakukan oleh Sarkar dkk. (2002). Senyawa untuk modifikasi silika gel adalah salisilaldoksim, dan ion–ion yang diadsorpsi adalah tembaga(II), nikel (II), kobalt(II) dan seng(II), sedangkan eluen yang dipelajari adalah asam nitrat dan asam perklorat. Aplikasi hasil penelitian ini adalah untuk menghilangkan kontaminasi ion – ion logam berat dalam berbagai jenis garam. Cooper, dkk (2004) juga telah melakukan *solid phase extraction* terhadap ion kalsium, tembaga,

kadmium, timbal, seng dan nikel dengan silika gel yang dimodifikasi dengan senyawa diklorodimetilsilan dan 2-hidroksi-5-nonil asetofenome oksim.

Berdasarkan beberapa penelitian tersebut nampak bahwa kajian ekstraksi fasa padat untuk ion logam berat beracun baik dengan adsorben silika termodifikasi sulfonat maupun non sulfonat dari abu sekam padi belum pernah dikaji. Penelitian ini akan mengkaji proses sintesis berbagai adsorben tersebut dari abu sekam padi, karakterisasi hasil sintesis dengan berbagai metode, serta sifat adsorptif dari berbagai adsorben tersebut terhadap ion Cr(III) dalam larutan. Tinjauan sifat adsorptif meliputi : pengaruh pH larutan, pengaruh waktu adsorpsi serta pengaruh konsentrasi adsorbat. Selanjutnya dikaji pula penerapan berbagai adsorben tersebut pada proses adsorpsi desorpsi ion Cr(III) dalam larutan secara ekstraksi fasa padat.

Daya adsorpsi merupakan kombinasi antara afinitas adsorbat terhadap pelarut dan afinitas adsorbat terhadap adsorben (Lyman dkk., 1995). Penjelasan secara teoretis tentang sifat ion logam dan ligan dikembangkan oleh Pearson yang menggolongkan aseptor dan donor elektron menjadi asam basa keras dan lunak. Asam – basa keras adalah suatu spesies yang mempunyai ukuran relatif kecil, bermuatan tinggi dan memiliki polarisabilitas tinggi (Bowser, 1995). Jika adsorbat bertindak sebagai asam Lewis dan adsorben sebagai basa Lewis maka pengklasifikasian asam basa keras dan lunak dapat diterapkan pada fenomena adsorpsi. Jika asam keras berikatan dengan adsorben yang memiliki karakter basa keras seperti gugus silanol (Si-OH) maka hasil interaksi yang terjadi akan berkarakter ionik. Sebaliknya jika asam sedang atau menengah berinteraksi dengan gugus -SH atau -S yang bersifat basa lunak maka hasil interaksi akan berkarakter kovalen. Kekerasan asam menurut Pearson dari ion – ion logam adalah : Ag(I) dan Cd(II) termasuk asam lunak, Pb (II) termasuk asam sedang atau madya dan Cr(III) termasuk asam kuat (Martell & Hancock, 1996). Interaksi ion logam dengan ligan dalam larutan selain ditentukan oleh sifatnya sendiri juga dipengaruhi oleh harga pH sistem. Silika gel akan bermuatan netto negatif pada pH tinggi, kondisi larutan basa, sedangkan pada suasana asam akan bermuatan netto positif sampai netral. Pada pH rendah gugus aktif permukaan adsorben dapat mengalami protonasi sehingga mempengaruhi pada proses adsorpsi, terutama adsorpsi ion logam. Pada penelitian ini juga akan dipelajari reaksi protonasi – deprotonasi dari adsorben hasil sintesis. Proses adsorpsi dapat dipelajari dengan berbagai aspek, antara lain kinetika dan keseimbangan adsorpsi. Penelitian ini mengkaji tentang kinetika dan kesetimbangan adsorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan pada senyawa silika dan modifikasi silika yang

disintesis dari abu sekam padi. Senyawa silika yang dimaksud adalah silika gel (selanjutnya diberi notasi SG). Senyawa modifikasi silika yang dimaksud adalah silika termodifikasi merkapto (selanjutnya diberi notasi HMS) dan dua macam silika termodifikasi sulfonat. Silika termodifikasi sulfonat ini merupakan hasil oksidasi HMS. Silika termodifikasi sulfonat yang disintesis dengan bahan oksidator hidrogen peroksida (selanjutnya diberi notasi HSSP) dan yang disintesis dengan bahan oksidator asam nitrat (selanjutnya diberi notasi HSSN).

Kinetika adsorpsi menggambarkan laju pengambilan adsorbat oleh adsorben dengan bertambahnya waktu kontak. Variabel waktu merupakan salah satu parameter yang menggambarkan efisiensi adsorpsi. Data yang diperoleh pada penelitian ini dikonsultasikan dengan berbagai model kinetika, yaitu: Model kinetika orde 1, orde 2, pseudo orde 1 dan pseudo orde 2.

Model kinetika orde 1 dan orde 2 dinyatakan oleh persamaan:

$$\ln C_t = -k_1 t + \ln C_0$$

$$(1/C_t) = k_2 t + (1/C_0)$$

Model kinetika pseudo orde 1 dan pseudo orde 2 dinyatakan oleh persamaan:

$$\log (q_{eq} - q_t) = \log q_{eq} - (k_3 / 2,303) t$$

$$t/q_t = (1/k_4 q_{eq}^2) + (1/q_{eq}) t$$

Notasi C_t adalah konsentrasi adsorbat setelah waktu adsorpsi t menit, C_0 adalah konsentrasi awal, q_{eq} dan q_t adalah jumlah ion teradsorpsi setelah setimbang dan pada saat t menit. Notasi k_1 dan k_2 adalah konstanta laju adsorpsi untuk model kinetika orde 1 dan orde 2, sedangkan notasi k_3 dan k_4 adalah konstanta laju adsorpsi untuk model kinetika pseudo orde 1 dan pseudo orde 2.

Berbagai parameter untuk model kinetika adsorpsi orde 1, orde 2, pseudo orde 1 dan pseudo orde 2, dihitung dengan menggunakan grafik $\ln (C_0/C_t)$ terhadap t , $(1/C_t)$ terhadap t , $\log (q_{eq} - q_t)$ terhadap t dan (t/q_t) terhadap t , Model yang sesuai dengan hasil penelitian ini adalah model kinetika dengan harga r^2 paling tinggi.

Keseimbangan adsorpsi menggambarkan hubungan antara jumlah adsorbat dalam larutan setelah proses adsorpsi (diberi notasi C_{eq} dengan satuan mg/L) dengan jumlah adsorbat dalam adsorben (diberi notasi q_{eq} dengan satuan mg/g). Apabila adsorpsi dilakukan dengan variasi konsentrasi adsorbat dalam larutan dengan waktu yang tertentu, maka akan dapat digambarkan kurva hubungan antara q_{eq} terhadap C_{eq} yang lazim disebut kurva isoterm adsorpsi. Berdasarkan atas adanya hubungann antara q_{eq} dengan C_{eq} ini, dapat diturunkan berbagai model isoterm adsorpsi.

Model yang akan dipakai sebagai acuan pada penelitian ini, adalah model isoterm Langmuir dan model isoterm Freundlich

Model isoterm adsorpsi Langmuir

Isoterm Langmuir menggambarkan bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan dan setiap situs aktif hanya dapat mengadsorpsi satu molekul. Penerapan pola adsorpsi Langmuir berdasarkan asumsi bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan. Pada setiap situs aktif hanya satu molekul saja yang dapat diadsorpsi dan interaksi antar molekul adsorbat diabaikan sehingga yang terbentuk adalah lapisan adsorpsi monolayer. Pengikatan adsorbat pada permukaan adsorben dapat berlangsung secara kimia atau fisika tetapi harus cukup kuat untuk mencegah perpindahan molekul teradsorpsi pada permukaan (Oscik, 1982). Isoterm Langmuir dapat dinyatakan dengan 4 macam persamaan linier (El Nemr et al, 2008;267), yaitu :

$$\text{Langmuir 1 : } C_{eq}/q_{eq} = 1/(K_a Q_{maks}) + (1/Q_{maks}) C_{eq}$$

$$\text{Langmuir 2 : } 1/q_{eq} = (1/K_a Q_{maks})1/C_{eq} + 1/Q_{maks}$$

$$\text{Langmuir 3 : } q_{eq} = Q_{maks} - (1/K_a) q_{eq}/C_{eq}$$

$$\text{Langmuir 4 : } q_{eq}/C_{eq} = K_a Q_{maks} - K_a q_{eq}$$

Notasi C_{eq} adalah konsentrasi kesetimbangan, q_{eq} adalah jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben, Q_{maks} adalah kapasitas adsorpsi maksimum dan K_a adalah tetapan kesetimbangan adsorpsi. Dari berbagai kurva linear maka dapat ditentukan nilai Q_{maks} dan K_a dari kemiringan atau slope dari intersep kurva. Persamaan isoterm Langmuir tersebut mengasumsikan bahwa: (1) permukaan adsorben homogen, (2) molekul adsorbat tidak berinteraksi satu dengan yang lain, (3) semua proses adsorpsi berlangsung dengan mekanisme yang sama, (4) adsorpsi hanya terjadi satu lapis.

Model Isoterm Adsorpsi Freundlich

Berbeda dengan persamaan isoterm Langmuir yang mengasumsikan adsorpsi hanya terjadi satu lapis, isotherm adsorpsi Freundlich digunakan untuk menjelaskan proses adsorpsi nonideal pada permukaan yang heterogen. Persamaan isoterm Freundlich dapat dinyatakan melalui persamaan:

$$\ln q_{eq} = \ln K_f + 1/n \ln C_{eq}$$

Notasi q_{eq} adalah jumlah ion logam teradsorpsi (mg/g), C_{eq} adalah konsentrasi pada saat kesetimbangan (mg/L), n adalah konstanta Freundlich dan K_f adalah konstanta energi ikat yang menunjukkan afinitas atau kapasitas adsorpsi adsorben terhadap adsorbat.

Pada penelitian ini data dikonsultasikan dengan 4 macam model isotherm Langmuir, kemudian dipilih yang mempunyai harga r^2 paling tinggi. Langkah berikutnya adalah menghitung harga R_L (Yan Liu, et al, 2011, Ali Riza Kul dan Hulya, 2010) dengan rumus berikut :

$$R_L = 1/(1 + K_a C_0)$$

Notasi C_0 adalah konsentrasi awal paling tinggi. Dinyatakan juga (Yan Liu, et al, 2011, Ali Riza dan Hulya 2010) bahwa Apabila $0 < R_L < 1$ maka dapat dinyatakan bahwa adsorpsi bersifat favorable, $R_L > 1$ adsorpsi bersifat tidak favorabel, $R_L = 1$ adsorpsi bersifat linier dan $R_L = 0$ berarti adsorpsi bersifat ireversibel. Data penelitian juga dikonsultasikan dengan model isotherm Freundlich. Apabila harga $0 < 1/n < 1$ maka dapat dinyatakan bahwa adsorpsi bersifat favorabel dan menandakan adsorpsi yang kooperatif.

Ekstraksi fasa padat disebut juga *sorbent extraction* adalah proses ekstraksi yang melibatkan fasa padat dan fasa cair (Van Home, 1985). Pada proses ekstraksi ini fasa padat lebih berperan untuk berinteraksi dengan zat yang diekstraksi dari pada fasa cairnya yang bertindak sebagai pelarut dari zat yang diekstraksi. Ekstraksi dilakukan dengan mengalirkan larutan lewat fasa padat dalam suatu kolom ekstraksi yang berisi fasa padat. Sebagai fasa padat dipilih senyawa yang mempunyai sisi aktif pada permukaan sehingga akan berinteraksi dengan zat terlarut yang dikehendaki, yang dikenal dengan istilah isolat. Proses yang pertama dilakukan adalah membasahi fasa padat dengan pelarut tertentu yang dikenal sebagai proses solvasi. Fasa padat yang telah dibasahi dimasukkan ke dalam kolom ekstraksi yang ditopang dengan kepingan tipis sebagai alas yang disebut *lower frit* dan bagian atas ditutup dengan kepingan tipis yang disebut *upper frit* (Van Home, 1985). Selanjutnya larutan yang akan diekstraksi dilewatkan pada kolom tersebut dan didiamkan beberapa waktu, sehingga terjadi interaksi sekunder antara zat yang diekstraksi dengan fasa padat dalam kolom. Selanjutnya tutup kolom dibuka dan fasa cair akan mengalir keluar. Fasa cair yang mengalir ini akan membawa zat yang tidak berinteraksi dengan fasa padat, sedangkan zat yang berinteraksi dengan fasa padat akan tertahan, sehingga prosesnya dikenal sebagai retensi (Van Home, 1985). Proses berikutnya adalah mengalirkan zat pelarut yang dapat melarutkan isolat yang tertahan dalam fasa padat dan kolom ditutup beberapa saat. Selanjutnya tutup kolom dibuka sehingga cairan mengalir keluar dan diperkirakan membawa isolat, prosesnya disebut elusi (Van Home, 1985).

Pada penelitian ini akan dilakukan proses adsorpsi - desorpsi atau retensi - elusi ion logam Cr(III) dalam larutan secara ekstraksi fasa padat memakai kolom yang berisi hasil – hasil sintesis, yaitu SG, HMS, HSSP dan HSSN. Berdasarkan hasil ekstraksi ini, dapat diketahui senyawa yang dapat berfungsi sebagai penukar kation Cr(III) dalam larutan.

BAB 3

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

A. Tujuan Penelitian

Berdasarkan atas uraian terdahulu dapat dinyatakan bahwa tujuan penelitian ini adalah untuk pembuatan silika termodifikasi gugus sulfonat dari abu sekam padi untuk ekstraksi fasa padat ion logam Cr(III) dalam larutan.. Secara rinci tujuan di atas dapat diuraikan menjadi beberapa tujuan khusus, yaitu:

1. Melakukan sintesis senyawa silika termodifikasi sulfonat dari abu sekam padi
2. Mengetahui karakter silika termodifikasi sulfonat dari abu sekam padi yang meliputi : gugus fungsi yang ada pada senyawa, kristalinitas, sifat termal, luas permukaan dan porositas, serta struktur mikrograf dan komposisi unsur.
3. Mengetahui sifat adsorptif senyawa silika termodifikasi sulfonat terhadap ion logam Cr(III) dalam larutan, ditinjau dari aspek : keasaman larutan atau pH, kinetika serta keseimbangan adsorpsi.
4. Mengetahui karakter adsorben hasil sintesis jika digunakan sebagai fasa padat pada proses adsorpsi – desorpsi dengan teknik ekstraksi fasa padat.

B. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan tambahan wawasan pengetahuan tentang upaya pengolahan abu sekam padi menjadi material berdaya guna, proses sol-gel, modifikasi silika gel dengan gugus sulfonat, dan adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan . Di samping itu, penelitian ini diharapkan dapat memberi kontribusi terhadap upaya pemanfaatan limbah padat abu sekam padi untuk bahan pembuatan material berbasis silika yang memiliki nilai ekonomi dan teknologi lebih tinggi. Aplikasi adsorben sebagai fasa padat pada proses ekstraksi fasa padat terhadap ion logam Cr(III) diharapkan dapat memberi kontribusi pada bidang analisis kimia dan dalam rangka pemantauan kualitas lingkungan.

BAB 4.

METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi :abu sekam padi, 3-merkaptopropiltrimetoksisilan (diberi notasi MPTS) akua terdemineralisasi, kertas indikator pH universal dan kertas saring Whatman no.42 (Whatman), larutan NaOH, larutan HCl, H₂O₂ dan H₂SO₄, larutan EDTA serta larutan standar Cr(III) 1000 ppm dalam asam nitrat.

Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan untuk sintesis dan peralatan untuk analisis meliputi: Spektrofotometer serapan atom (GBC AAS 932 AA), pH meter , wadah dari Teflon, ayakan (Retsch AS 200 Basic), tungku pemanas (Nabertherm L3/R), *oven* (Heraeus B5050), pengaduk mekanik (Marius) pengaduk magnetik (Thermolyne Cimarec 2), timbangan analitik, *sentrifuge* (Kokusan Ensiki Ltd tipe H-107), lumpang atau mortar serta peralatan gelas dan plastik.

A. Penyiapan prekursor untuk proses sol-gel

Dalam penelitian ini akan digunakan prekursor Na₂SiO₃ dari abu sekam padi. Penyiapan Na₂SiO₃ dari abu sekam padi dilakukan dengan berbagai teknik, yaitu pencampuran abu dengan larutan NaOH dan dilanjutkan peleburan pada 500 C dalam tungku listrik kemudian hasilnya dilarutkan dalam air, ekstraksi dengan basa dengan dididihkan sambil diaduk seperti yang telah dilakukan oleh Kalapathy, dkk (2000) dan Savita, dkk (1997).

B. Pembuatan Silika Gel

Dalam tahapan ini, untuk prekursor larutan Na₂SiO₃ proses sol-gel dilakukan dengan mencampur prekursor dengan asam bertetes – tetes sambil diaduk sehingga terjadi gel, dibiarkan semalam kemudian ditambah air dan diaduk selama 10 menit. Selanjutnya dicuci sampai netral, disaring dan dikeringkan. Hasil sintesis diberi notasi SG. Senyawa SG ini berfungsi sebagai pembanding terhadap senyawa silika termodifikasi sulfonat.

C. Modifikasi silika dengan gugus tiol melalui proses sol-gel

Dalam tahapan ini, sebagai prekursor adalah larutan Na_2SiO_3 . Proses sol-gel dilakukan dengan mencampur prekursor dengan modifier senyawa 3-merkaptopropiltrimetoksisilan, lalu ditambah asam untuk menginisiasi pembentukan gel. Hasil sintesis diberi notasi HMS

D. Pembuatan adsorben silika termodifikasi gugus sulfonat

HMS yang diperoleh pada tahapan C direaksikan dengan H_2O_2 dan dengan HNO_3 . Reaksi dapat dinyatakan dengan persamaan berikut ini



Senyawa silika termodifikasi sulfonat yang disintesis dengan oksidator H_2O_2 diberi notasi HSSP. Senyawa yang sama dengan oksidator HNO_3 diberi notasi HSSN.

Karakterisasi semua hasil sintesis, yaitu SG, HMS, HSSP dan HSSN dilakukan dengan menentukan kristalinitas, luas permukaan dan porositas, mengidentifikasi gugus fungsional dan penentuan komponen penyusun dan struktur mikrograf, serta analisis termal

E. Adsorpsi ion logam

Proses adsorpsi ini dilakukan dengan berbagai adsorben hasil sintesis, yaitu: SG, HMS, HSSP dan HSSN dari abu sekam padi. Pada penelitian ini proses adsorpsi dilakukan terhadap salah satu ion logam, yaitu Cr(III) dalam larutan. Proses adsorpsi dilakukan secara *batch*. Beberapa eksperimen yang dilakukan adalah :

Mempelajari pengaruh pH pada larutan ion logam Cr(III) teoretis dan secara eksperimen

Secara teoretis pengaruh pH pada larutan ion logam dikaji dengan menelusuri berbagai pustaka tentang keberadaan ion logam Cr(III) dalam larutan. Secara eksperimen dilakukan dengan meneteskan larutan berisi ion logam Cr(III) pada beberapa wadah berisi larutan basa/asam dengan pH yang bervariasi.

Mempelajari pengaruh pH larutan pada berbagai adsorben, yaitu SG,HMS,HSSP dan HSSN

Sebanyak 50 mg adsorben dimasukkan dalam 50 mL larutan dengan pH yang bervariasi. Dilakukan penggojogan dengan *shaker* selama 1 jam. Selanjutnya padatan dipisahkan. Cairan hasil pemisahan diukur pH nya. Terhadap larutan awal juga diukur pH nya dengan cara yang sama. Berdasarkan hasil perhitungan akan diperoleh jumlah proton yang lepas/terikat oleh adsorben hasil sintesis.

Mempelajari pengaruh pH pada adsorpsi ion logam Cr(III)

Sebanyak 50 mg adsorben dimasukkan dalam 50 mL larutan ion logam dengan konsentrasi tertentu dan lingkungan pH yang bervariasi. Dilakukan penggojogan dengan *shaker* selama 1 jam. Selanjutnya padatan dipisahkan. Cairan hasil pemisahan dianalisis kandungan ion logamnya secara spektrofotometri serapan atomik. Terhadap larutan ion logam awal juga dilakukan analisis dengan cara yang sama. Berdasarkan hasil perhitungan akan diperoleh jumlah ion logam teradsorpsi (dinyatakan dalam %).

Mempelajari pengaruh waktu terhadap adsorpsi ion logam Cr(III)

Sebanyak 20 mg adsorben dimasukkan dalam 20 mL larutan ion logam dengan konsentrasi dan lingkungan pH yang tertentu. Dilakukan penggojogan dengan *shaker* dengan waktu yang bervariasi. Selanjutnya padatan dipisahkan. Cairan hasil pemisahan dianalisis kandungan ion logamnya secara spektrofotometri serapan atomik. Terhadap larutan ion logam awal juga dilakukan analisis dengan cara yang sama. Berdasarkan hasil perhitungan akan diperoleh jumlah ion logam teradsorpsi dinyatakan dalam mg/g Data ini dipakai untuk menentukan model kinetika adsorpsi.

Mempelajari pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi ion logam Cr(III)

Sebanyak 20 mg adsorben dimasukkan dalam 20 mL larutan ion logam dengan konsentrasi bervariasi dan lingkungan pH buffer tertentu. Dilakukan penggojogan dengan *shaker* selama 1 jam. Selanjutnya padatan dipisahkan. Cairan hasil pemisahan dianalisis kandungan ion logamnya secara spektrofotometri serapan atomik. Terhadap larutan ion logam awal juga dilakukan analisis dengan cara yang sama. Berdasarkan hasil perhitungan akan diperoleh jumlah ion logam teradsorpsi (dinyatakan sebagai mg/g). Data ini dapat dipakai untuk menentukan model isoterm adsorpsi

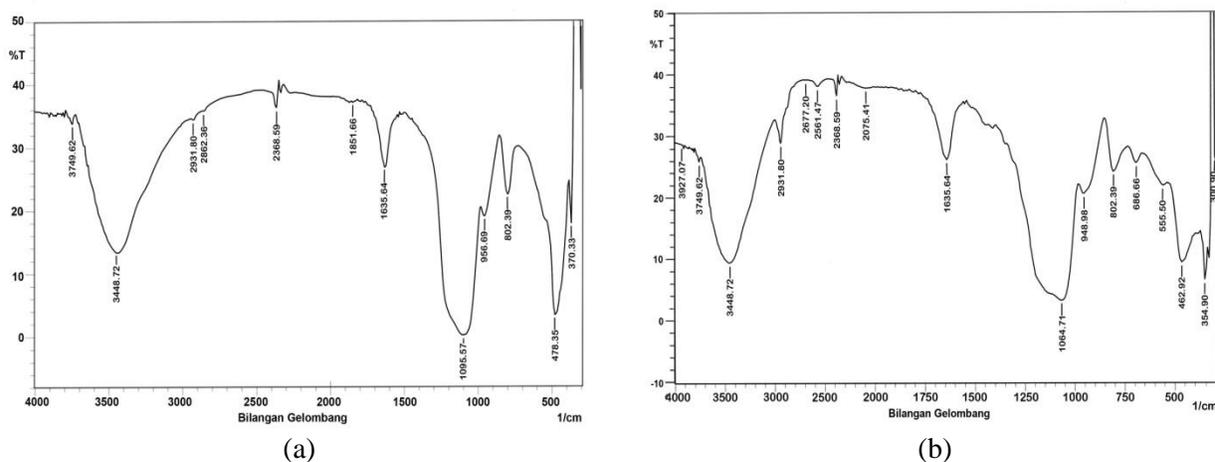
F. Adsorpsi desorpsi ion logam Cr(III) dengan teknik ekstraksi fasa padat

Aplikasi berbagai adsorben tersebut sebagai kolom ekstraksi fasa padat dalam penelitian ini bertujuan untuk adsorpsi - desorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan. Proses ekstraksi fasa padat ion logam secara umum dilakukan dengan mengadsorpsi ion logam melalui sistem alir dan kemudian dielusi dengan eluen tertentu. Pada elusi ion logam dari kolom ekstraksi, lazimnya digunakan berbagai jenis eluen. Pada penelitian ini, untuk proses desorpsi atau elusi ion logam Cr(III) dipakai dua macam eluen, yaitu HNO₃ dan EDTA.

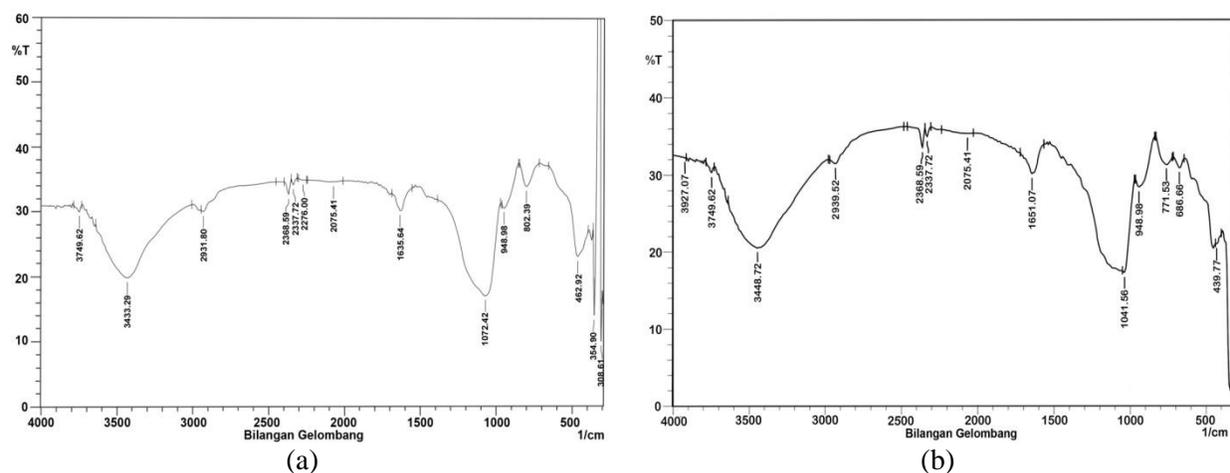
Bab 5 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi untuk mengetahui jenis gugus fungsi dilakukan dengan metode spektrofotometri FTIR. Hasilnya, untuk SG ditengarai ada – puncak serapan yang menunjukkan adanya gugus fungsi silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dan siloksan ($=\text{Si-O-Si}=\text{}$). Pada senyawa HMS timbul puncak baru yang menunjukkan adanya gugus fungsi metilen ($=\text{CH}_2$) dan gugus fungsi merkaptol atau tiol ($-\text{SH}$). Pada senyawa HSSN maupun HSSP, tetap ada gugus metilen, silanol dan siloksan, tetapi disertai menurunnya intensitas serapan pada puncak yang menunjukkan gugus tiol ($-\text{SH}$). Hal ini adalah oleh karena gugus tiol atau $-\text{SH}$ telah teroksidasi menjadi gugus sulfonat ($-\text{SO}_3\text{H}$). Spektre FTIR dari keempat adsorben tersebut disajikan pada gambar berikut :



(a) (b)
Gambar 1 : spectra FTIR SG (a) dan HMS (b)



Gambar 2 : spectra HSSP (a) dan HSSN (b)

Karakterisasi dengan metoda difraksi sinar X menunjukkan bahwa keempat adsorben mempunyai kristalinitas yang rendah. Penentuan komposisi unsur dilakukan dengan metoda *energy dispersive X ray* atau EDX, hasilnya seperti tabel berikut:

Tabel1. Komposisi unsur berbagai adsorben berdasarkan EDX
Dinyatakan dalam %

adsorben	Si	C	O	S
HSSN	34,67	16,77	38,00	10,56
HSSP	30,17	26,32	31,75	11,75
HMS	32,44	25,60	30,39	11,57
SG	44,08	10,18	45,75	-

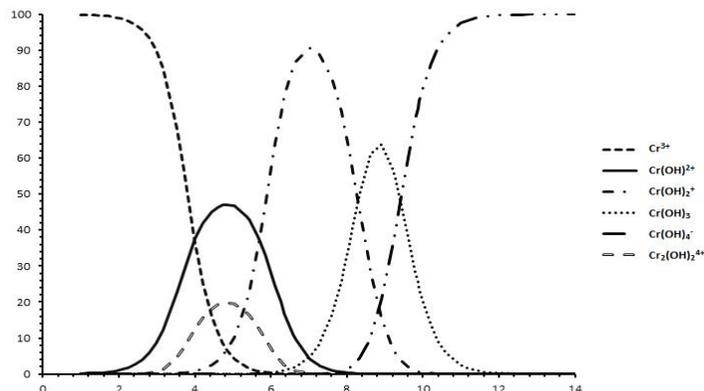
Penentuan porositas dan luas permukaan dilakukan dengan metoda *surface area analysis*, dan hasilnya ditunjukkan pada tabel berikut:

Tabel 2. Porositas dan Luas Permukaan Adsorben

nama adsorben	Luas perm.BET m ² /g	Luas perm BJH m ² /g	Vol.Pori cc/g	Jejari pori A
ASP	46,538	24,461	0,146	76,606
SG	285,555	299,855	0,661	38,347
HMS	387,307	262,770	0,377	21,461
HSSP	462,614	278,230	0,472	24,423
HSSN	13,381	11,260	0,020	15,271

Pengaruh pH pada larutan ion logam Cr(III)

Ion logam Cr(III) dalam air akan berinteraksi dan menghasilkan beberapa spesies. Interaksi pembentukan spesies Cr(III) ini merupakan reaksi keseimbangan. Berdasarkan atas harga konstante keseimbangan, maka dengan perhitungan dapat ditentukan jumlah masing - masing spesies pada harga pH yang tertentu. Apabila perhitungan tersebut dilakukan untuk berbagai harga pH, maka akan diperoleh distribusi spesies sebagai fungsi pH. Pada larutan ion Cr(III), distribusi spesies sebagai fungsi pH dapat dibuat kurva seperti pada Gambar 3. Secara eksperimen, ternyata bahwa pada larutan dengan pH yang rendah, ion Cr(III) dalam keadaan terlarut, dan akan mengalami kekeruhan pada larutan dengan pH 5. Data ini juga diperoleh pada penelitian terdahulu (Bakhti A, 2001).



Gambar 3 : Distribusi spesies ion Cr(III) dalam larutan Sebagai fungsi pH

Pengaruh pH larutan pada berbagai adsorben.

Berdasarkan hasil eksperimen terdahulu, kisaran variasi pH yang dipakai adalah 1 – 5. Hasilnya ternyata interaksi dengan larutan antara adsorben yang satu dengan yang lain tidak sama. Secara lengkap disajikan pada tabel berikut:

Tabel 3 : Protonasi – de protonasi adsorben sebagai fungsi pH

pH	HSSN	HSSP	HMS	SG
1	+ 1,0300 x 10 ⁻² mol	+ 1,03000 x 10 ⁻² mol	+ 1,03000 x 10 ⁻² mol	+ 1,03000 x 10 ⁻² mol
2	+ 0,2000 x 10 ⁻² mol	+ 0,10300x 10 ⁻² mol	+ 0,10300 x 10 ⁻² mol	+ 0,10300 x 10 ⁻² mol
3	+ 0,0013 x 10 ⁻² mol	+ 0,02400 x 10 ⁻² mol	+ 0,03750 x 10 ⁻² mol	+ 0,04200 x 10 ⁻² mol
4	- 0,0016 x 10 ⁻² mol	+ 0,00460x 10 ⁻² mol	+ 0,00480 x 10 ⁻² mol	+ 0,00490 x 10 ⁻² mol

$$\frac{5 \quad - 0,0045 \times 10^{-2} \text{ mol} \quad + 0,00045 \times 10^{-2} \text{ mol} \quad + 0,00045 \times 10^{-2} \text{ mol} \quad + 0,00049 \times 10^{-2} \text{ mol}}{\quad}$$

Keterangan : notasi (+) : protonasi, (-) : de protonasi

Pengaruh pH larutan pada adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan oleh berbagai adsorben

Sesuai dengan hasil yang terdahulu, eksperimen dilakukan pada pH 1 – 5. Jumlah ion Cr(III) teradsorpsi pada beberapa adsorben, ternyata jumlahnya bervariasi. Secara lengkap disajikan pada Tabel 4.

Berdasarkan hasil pada Tabel 4 tersebut, dapat dinyatakan bahwa untuk semua adsorben memberikan jumlah ion Cr(III) yang tertinggi pada pH 5. Oleh karena itu, untuk mengetahui sifat adsorptif dari aspek kinetika serta keseimbangan adsorpsi dilakukan dengan larutan Cr(III) pada pH 5.

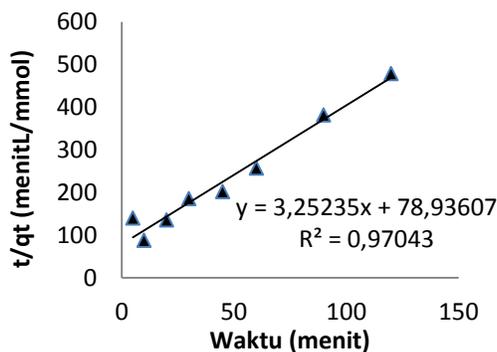
Tabel 4 Jumlah Ion logam Kromium(III) Teradsorpsi
Oleh Berbagai Adsorben (dalam %)

pH larutan	Jenis adsorben			
	SG	HMS	HSSP	HSSN
1	1,73	54,42	65,62	80,86
2	4,02	55,82	67,67	86,18
3	7,43	60,21	71,20	90,92
4	10,20	64,80	79,02	94,56
5	14,60	64,90	79,77	96,73

Kinetika Adsorpsi ion Cr(III) pada berbagai adsorben

Kinetika Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSN

Berdasarkan hasil yang terdahulu, penentuan sifat adsorptif dari aspek kinetika ini dilakukan pada pH 5. Diperoleh hasil pengamatan, dan dapat ditentukan jumlah ion Cr(III) teradsorpsi tiap waktu adsorpsi yang tertentu. Data tersebut dikonsultasikan dengan berbagai model kinetika. Berdasarkan hasil perhitungan, ternyata model kinetika adsorpsi yang mempunyai harga r^2 paling tinggi adalah model kinetika adsorpsi pseudo orde 2 dan kurvanya adalah sebagai berikut



Gambar 4. Kurva kinetika pseudo orde 2 Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSN

Secara grafis, selanjutnya dapat ditentukan harga k untuk proses adsorpsi dengan model kinetika pseudo orde 2, yaitu:

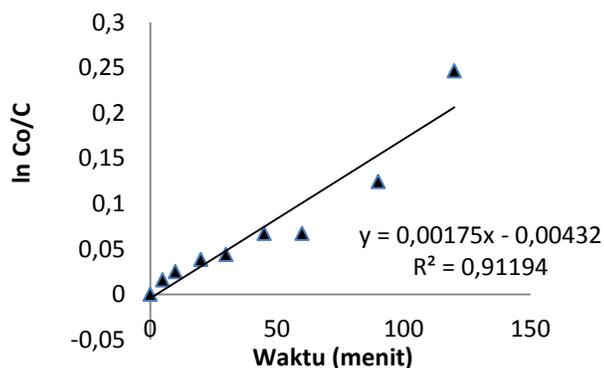
$$q_{eq} = 1/\text{slope} = 1/3,25235 = 0,307469983$$

$$k = 1/q_{eq}^2 \times \text{intersep}$$

$$= 1/(0,307469983)^2 \times 78,93607 = 0,134004397 \text{ [mMmenit]}^{-1} = 134,004397 \times 10^{-3} \text{ [mMmenit]}^{-1}$$

Kinetika Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSP

Kondisi diperlakukan sama dengan adsorpsi pada HSSN, yaitu dalam larutan Cr(III) pada pH 5. Diperoleh hasil pengamatan, dan dapat ditentukan jumlah ion Cr(III) teradsorpsi tiap waktu adsorpsi yang tertentu. Selanjutnya data tersebut dapat dikonsultasikan dengan berbagai model kinetika. Berdasarkan hasil perhitungan, ternyata model kinetika adsorpsi yang mempunyai harga r^2 paling tinggi adalah model kinetika adsorpsi orde 1. Kurvanya adalah sebagai berikut :

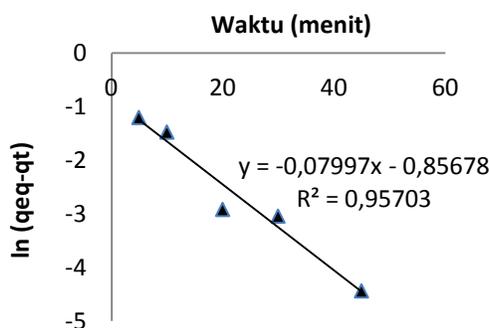


Gambar 5. Kurva kinetika orde 1
Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSP

Dan dapat ditentukan harga k untuk kinetika adsorpsi orde 2, yaitu $k = \text{slope} = 0,00175 \text{ menit}^{-1}$
 $= 1,75 \times 10^{-3} \text{ menit}^{-1}$

Kinetika Adsorpsi ion Cr(III) pada HMS

Kondisi diperlakukan sama dengan adsorpsi pada HSSP, yaitu dalam larutan Cr(III) pada pH 5. Diperoleh hasil pengamatan, dan dapat ditentukan jumlah ion Cr(II) teradsorpsi tiap waktu adsorpsi yang tertentu. Selanjutnya data tersebut dapat dikonsultasikan dengan berbagai model kinetika. Berdasarkan hasil perhitungan, ternyata model kinetika adsorpsi yang mempunyai harga r^2 paling tinggi adalah model kinetika adsorpsi pseudo orde 1. Kurvanya adalah sebagai berikut

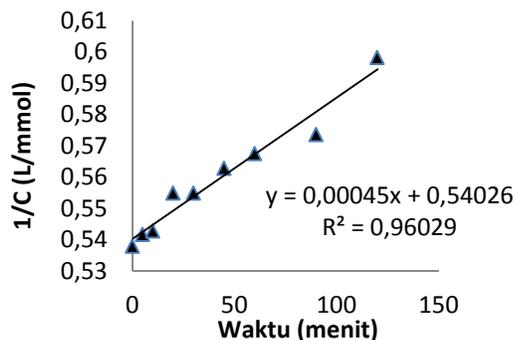


Gambar 6. Kurva kinetika pseudo orde 1
Adsorpsi ion Cr(III) pada HMS

Secara grafis, selanjutnya dapat ditentukan harga k untuk proses adsorpsi pseudo orde 1, yaitu $k = \text{slope} = 0,0799 \text{ menit}^{-1} = 79,9 \times 10^{-3} \text{ menit}^{-1}$

Kinetika Adsorpsi ion Cr(III) pada SG

Kondisi diperlakukan sama dengan 3 macam adsorben yang lain, yaitu dalam larutan Cr(III) pada pH 5. Jumlah ion Cr(III) teradsorpsi tiap waktu adsorpsi dapat ditentukan. Selanjutnya data tersebut dapat dikonsultasikan dengan berbagai model kinetika. Berdasarkan hasil perhitungan, model kinetika yang mempunyai r^2 tertinggi adalah model kinetika adsorpsi orde 2. Kurvanya :

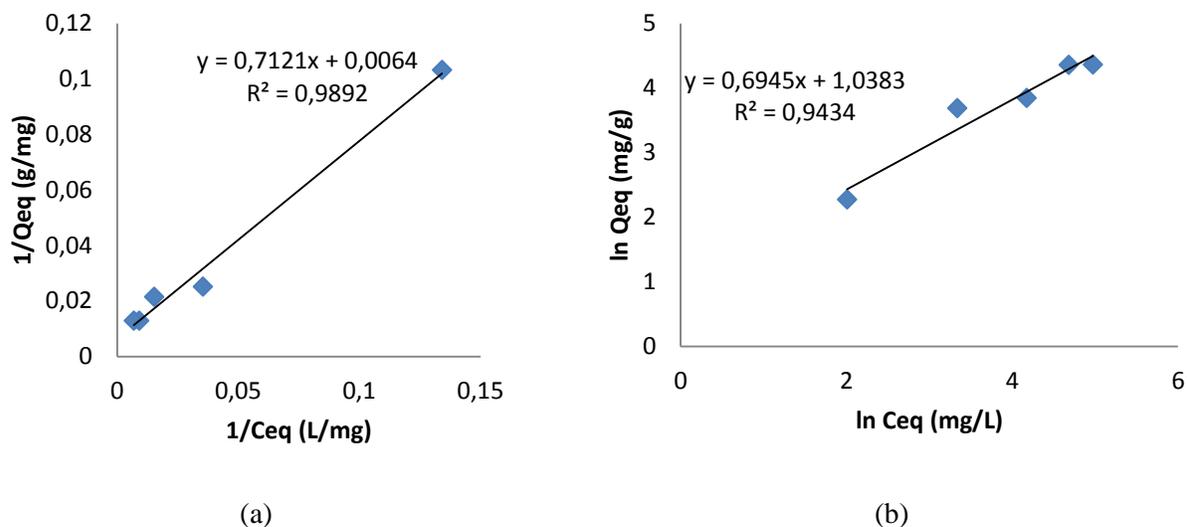


Gambar 7. Kurva kinetika orde 2
Adsorpsi ion Cr(III) pada SG

Secara grafis dapat ditentukan harga k untuk proses adsorpsi orde 2, yaitu $k = \text{slope} = 0,00045[\text{mMmenit}]^{-1} = 0,45 \times 10^{-3} [\text{mMmenit}]^{-1}$. Berdasarkan data pengamatan yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa waktu adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada berbagai adsorben tersebut adalah 60 menit. Selanjutnya setelah dilakukan perhitungan dapat dinyatakan bahwa keempat adsorben pada proses adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan sesuai dengan model kinetika yang berbeda satu dengan yang lain.

Keseimbangan adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada berbagai adsorben

Berdasarkan hasil terdahulu, diketahui bahwa waktu adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada beberapa adsorben adalah 60 menit. Oleh karena itu aspek keseimbangan adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan ini dilakukan pada pH 5 dan waktu adsorpsi 60 menit. Berdasarkan hasil pengamatan dapat dihitung jumlah ion Cr(III) yang teradsorpsi (dinyatakan dalam mg/g). data ini selanjutnya dikonsultasikan dengan beberapa model isoterm, yaitu 4 model isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich. Parameter untuk penentuan model isoterm Langmuir yang sesuai adalah yang dalam perhitungan memberikan harga r^2 paling tinggi. Berdasarkan hasil perhitungan, dapat dinyatakan bahwa model isoterm Langmuir 2 sesuai diterapkan untuk adsorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan pada berbagai adsorben tersebut. Berikut adalah kurva isoterm Langmuir 2 dan kurva isoterm Freundlich untuk adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada HSSN



Gambar 8. Kurva isotherm Langmuir 2 (a) dan Freundlich (b)
Adsorpsi ion Cr(III) pada HSSN

Kurva isotherm adsorpsi model Langmuir 2 dan isotherm adsorpsi model Freundlich untuk adsorpsi ion Cr(III) pada adsorben yang lain tidak disajikan. Selanjutnya dihitung Q_{maks} , K_a dan R_L nya. Berdasarkan hasil perhitungan R_L dapat ditentukan proses adsorpsi tersebut favorabel atau tidak. Juga dilakukan perhitungan untuk menentukan parameter isotherm Freundlich, yaitu K_F dan $1/n$. Berdasarkan harga $1/n$ juga ditentukan proses adsorpsi tersebut favorabel atau tidak. Hasil perhitungan secara keseluruhan untuk penentuan parameter isotherm adsorpsi Langmuir dan isotherm adsorpsi Freundlich disajikan pada tabel berikut:

Tabel 5 Parameter isotherm Langmuir dan Freundlich adsorpsi ion Cr(III)
Pada berbagai adsorben

isotherm	parameter	satuan	HSSN	HSSP	HMS	SG
Langmuir 1	Q_{maks}	mg/g	125	111,11	166,66	166,66
	K_a	L/mg	0,01222	0,0076	0,00497	0,00398
	r^2	-	0,892	0,136	0,527	0,196
	R_L	-	0,267	0,371	0,474	0,529
	Rekom	-	favorabel	favorabel	favorabel	favorabel
Langmuir 2	Q_{maks}	mg/g	166,66	71,4	71,43	55,55
	K_a	L/mg	0,00842	0,0165	0,0186	0,0235
	r^2	-	0,989	0,903	0,961	0,901
	R_L	-	0,347	0,212	0,194	0,19
	rekom	-	favorabel	favorabel	favorabel	favorabel
Langmuir 3	Q_{maks}	mg/g	105,4	69,57	84,26	53,9
	K_a	L/mg	0,017	0,034	0,0155	0,0429

	r ²	-	0,638	0,112	0,474	0,064
	RL	-	0,208	0,116	0,224	0,094
	rekom	-	favorabel	favorabel	favorabel	favorabel
langmuir 4	Q _{maks}	mg/g	148,7	175	138,142	354
	K _a	L/mg	0,01	0,007	0,007	0,002
	r ²	-	0,638	0,621	0,474	0,064
	RL	-	0,309	0,39	0,39	0,69
	rekom	-	favorabel	favorabel	favorabel	favorabel
freundlich	K _F	-	2,823	1,925	1,923	1,925
	1/n	-	0,694	0,718	0,714	0,699
	r ²	-	0,943	0,725	0,969	0,902
	rekom	-	favorabel	favorabel	favorabel	favorabel

Data pada tabel menunjukkan bahwa adsorben yang mempunyai harga Q_{maks} paling tinggi adalah HSSN, diikuti HMS, HSSP dan SG. Harga R_L untuk HSSN, HSSP dan HMS maupun SG lebih kecil dari 1, berarti proses adsorpsi pada kondisi tersebut adalah favorabel. Ditinjau dari parameter Freundlich ternyata semua adsorben, yaitu HSSN, HSSP, HMS serta SG mempunyai harga $1/n$ yang lebih kecil dari 1. Ini berarti bahwa berarti proses adsorpsi pada kondisi tersebut adalah favorabel. Selanjutnya dapat dinyatakan bahwa pada semua adsorben yang diteliti yaitu HSSN, HSSP, HMS serta SG proses adsorpsi terjadi pada permukaan yang heterogen dan merupakan adsorpsi lapis tunggal.

Apabila dibandingkan dengan penelitian terdahulu, ternyata harga Q_{maks} yang diperoleh lebih tinggi. Adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan oleh adsorben montmorilonit dan montmorilonit terpillar yang memberikan harga Q_{maks} berturut-turut : 13,09 mg/g dan 10,35 mg/g (Bakhti A, dkk, 2001). Peneliti lain menemukan harga Q_{maks} untuk adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan oleh lignin sebesar 17,97 mg/g (Yun Wu, 2008) Hal ini menunjukkan bahwa adsorben yang disintesis dari abu sekam padi, yaitu HSSN, HSSP, HMS serta SG cukup efektif untuk adsorpsi ion logam Cr(III) dalam larutan.

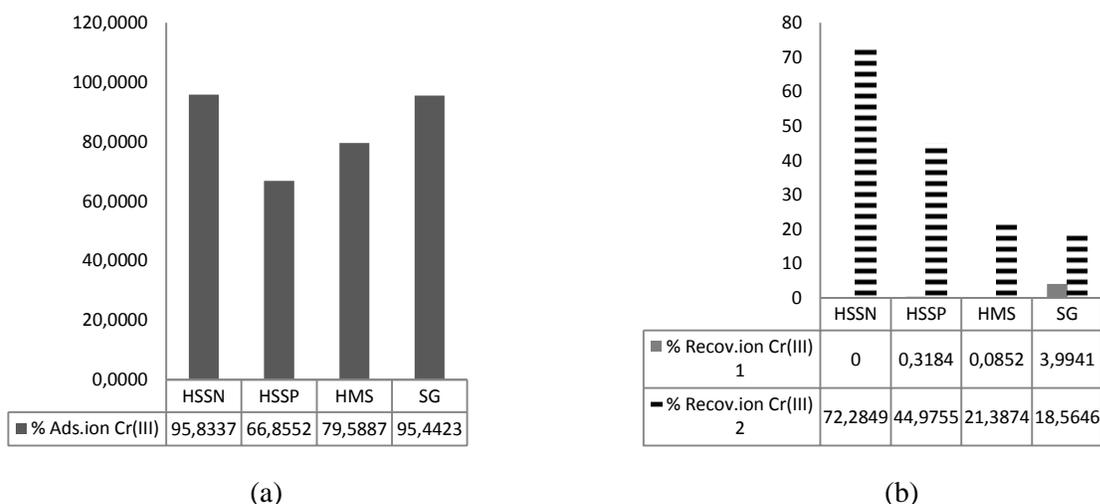
Bagi semua adsorben perlu kiranya dikonsultasikan dengan model isotherm lain yang kemungkinan memberikan harga r^2 yang lebih tinggi. Juga perlu dikaji adsorpsi ion logam yang lain pada berbagai adsorben tersebut.

Adsorpsi desorpsi ion Cr(III) dalam larutan secara ekstraksi fasa padat

Pada proses ekstraksi fasa padat untuk adsorpsi desorpsi ion Cr(III) dalam larutan dimanfaatkan beberapa adsorben yang telah dipelajari sifat adsorptifnya, yaitu

HSSN, HSSP, HMS dan SG. Adsorben tersebut merupakan kolom yang berfungsi sebagai ekstraktan. Adsorpsi secara kolom juga dilakukan pada pH 5. Desorpsi dilakukan dengan 2 macam eluen, yaitu larutan EDTA dan asam nitrat.

Hasilnya disajikan pada gambar berikut :



Gambar 9. Kurva adsorpsi (a) dan desorpsi (b) ion Cr(III) pada berbagai adsorben

Proses adsorpsi dilakukan dalam larutan berisi ion Cr(III) dengan pH 5. Desorpsi ke 1 memakai eluen larutan EDTA, dan desorpsi ke 2 menggunakan eluen asam nitrat. Berdasarkan gambar dapat dinyatakan bahwa adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan terjadi pada semua adsorben dan HSSN mempunyai sifat adsorptif terhadap ion Cr(III) yang paling tinggi. Namun demikian pada adsorben HSSN proses desorpsi dengan eluen 1 memberikan recovery 0 %, ternyata dan pada proses desorpsi dengan eluen 2 memberikan recovery paling tinggi. Apabila ditinjau dari fungsinya sebagai penukar kation, maka dapat dinyatakan bahwa HSSN adalah penukar kation logam Cr(III) yang bersifat reversibel. .

BAB 6

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan semua hasil penelitian yang diperoleh, dapat dikemukakan kesimpulan sebagai berikut :

1. Proses adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada HSSN, HSSP, HMS dan SG sesuai dengan model kinetika yang berbeda satu sama lain.
2. Proses adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan pada HSSN, HSSP dan HMS dan SG dapat dinyatakan adsorpsi lapis tunggal dan permukaan heterogen dengan urutan besarnya Q_{maks} HSSN > HSSP > HMS > SG
3. Apabila ditinjau dari fungsinya sebagai penukar kation, maka dapat dinyatakan bahwa HSSN adalah penukar kation logam Cr(III) yang bersifat reversibel. .

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat dikemukakan beberapa saran sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan kajian adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan dari aspek kinetika untuk berbagai adsorben tersebut dengan model kinetika yang lain.
2. Perlu dilakukan kajian keseimbangan adsorpsi ion Cr(III) dalam larutan untuk berbagai adsorben tersebut dengan model isotherm yang lain

DAFTAR PUSTAKA

- Ali Rıza Kul, Hülya Koyuncu (2010) Adsorption of Pb(II) ions from aqueous solution by native and activated bentonite: Kinetic, equilibrium and thermodynamic study ,*Journal of Hazardous Materials* 179 , 332–339
- Ahmed El Nemr, Azza Khaled, Ola Abdelwahab, Amany El Sikaily (2008), Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed,*Journal of Hazardous Material*,152, 263 - 275
- Amun Amri, Supranto dan M.Fahrurozi (2004), Kesetimbangan Adsorpsi Optional Campuran Biner Cd(II) dan Cr(III) dengan zeolit Alam Terimpregnasi 2 Merkaptobenzotiazol, *J.Natur Indonesia*
- Badan Pengendalian Dampak Lingkungan (1999), *Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No 18 Tahun 1999 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*, Jakarta, Sekretariat Badan Pengendalian dampak Lingkungan
- Bakhti A, Derriche Z, Iddou A, dan Larid M (2001), A study of the factor controlling the adsorption of Cr(III) on montmorillonites, *European Journal of Soil Science*, 52, 683 – 692
- Bowser ,JR (1993), *Inorganic Chemistry*, California, Brook Cole Publ
- Chin Chang Chen, Soofin Cheng, Lin Yun Jang, 2008, Dual Functionalized Large Pore Mesoporous Silica as an Efficient Catalyst for Bisphenol A synthesis, *Microporous Macroporous Materials* , 109, 258 – 270

- Eunine F.S. Viera, Antonio R.Cestari, Jose de A.Simoni, Claudio Airoidi, 1999, Use of Calorimetric Titration to Determine Thermochemical Data for Interaction of cations with Mercapto Modified Silica, *Thermochimica Acta*, 328, 247 - 252
- Gabriel Morales, George Athens, Bradley F. Chmelka, Rafael van Grieken Juan A.Melero, 2008, Aqueous Sensitive Reaction Sites in Sulphonic Acid Functionalized Silicas, *Journal of Catalysis*, 254, 205 - 217
- Ian P Blitz, Vladimir M Gun'ko, Daniel J. Sheeran, 2007, Functionalized Silicas Structural Characteristics and Adsorption of Cu(II) and Pb(II), *Colloids and Surfaces*, 2007, 83 - 92
- Judith.F. Rubinson & Kenneth A. Rubinson (1998), *Contemporary Chemical Analysis*, New Jersey, Prentice Hall Int. Inc
- Kalapathy.U, Proctor.A, dan Shultz.J (2000), Production and Properties of Flexible Sodium Silicate Films from Rice Hull Ash Silica, *Bioresource Technology* 73, 257 - 262
- Kolanski, K.W (2002), *Surface Science; Foundation of Catalysis and Nano Science*, Inggris, John Wiley and Sons Ltd.
- Massel, R.I (1996), *Principle of Adsorption and Reaction in Solid Surface*, Kanada John Wiley and Sons Ltd
- Mishra, R.K. Patel (2009), Removal of lead and zinc ions from water by low cost adsorbents, *J. Hazard. Mater.* 168 (1), 319-325
- Nuryono, Narsito, Sutarno (2004), Kajian Penggunaan NaOH dan NaCO₃ pada Pembuatan Silika Gel dari Abu Sekam Padi, Prosiding Seminar Nasional Penelitian Pendidikan dan Penerapan MIPA (Ditjen. Dikti - UNY- JICA) 2 Agustus 2004, Yogyakarta
- Priyosulistyo HRC, Sudarmoko, Bambang Supriyadi, Bambang Suhendro dan P.Sumardi, 1999, *Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi untuk Peningkatan Mutu Beton*, Laporan Penelitian Hibah Bersaing, Lembaga Penelitian UGM
- Raman Gupta, Satya Paul, Rajive Gupta, Covalently Anchored Sulphonic Acid onto Silica as an Efficient and Recoverable Interphase Catalyst for the Synthesis of 3, 4 Dihydropyrimidinones/Thiones, *Journal of Molecular Catalysis*, 206, 50-54
- Ruirong Guo, Mingyu Ding, 2007, Preparation and Characterization for a New Sulphonic Acid Functionalized Mesoporous Silica Stationary Phase, *colloids and surfaces* 292, 153 - 158
- Savita, R, Kamath, dan Andrew Proctor (1997), Preparation and Characterization of Silica gel from Rice Hull Ash, Ongoing Studies Rice Quality and Processing, Arkansas Rice Research.
- Scott.R.P.W (1993), *Silica Gel and Bonded Phase, Their Production, Properties and Use in LC*, New York, John Wiley & Sons
- Shaw, D.J (1999), *Colloid and Surface Chemistry*, Inggris, Butterworth-Heinemann
- S. Shylesh, Sahida Shaema, S.P. Mirajkar, 2004, Silica Functionalized Sulphonic acid Groups Synthesis and Catalytic Activity in Acetalization and acetylation Reaction, *Journal of Molecular Catalysis*, 212, 219 - 228
- Sugiharto (1987) *Dasar- Dasar Pengelolaan Air Limbah* Jakarta, UI Press

Yun Wu, Shuzhen Zhang, Xueyan Guo dan Honglin Huang (2008), Adsorption of chromium (III) on lignin, *Bioresource Technology*, 99, 7709 – 7715



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

Alamat: Karangmalang, Yogyakarta. 55281.

Telp. (0274) 550839 Fax, (0274) 518617. e-mail: lppm.uny@gmail.com

SURAT PERJANJIAN INTERNAL
PELAKSANAAN PENELITIAN DISERTASI DOKTOR
NOMOR : 014/APDD-BOPTN/UN34.21/2013

Pada hari ini selasa tanggal delapan belas bulan Juni tahun dua ribu tiga belas kami yang bertanda tangan di bawah ini :

1. Prof. Dr. Anik Ghufron. : Ketua Lembaga Penelitian Dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Negeri Yogyakarta yang berkedudukan di Yogyakarta dalam hal ini bertindak untuk dan atas nama perguruan tinggi tersebut; selanjutnya disebut PIHAK PERTAMA.
2. Dra. SITI SULASTRI, MS. : Ketua Tim Peneliti dari Penelitian Disertasi Doktor, yang beralamat di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta, selanjutnya disebut PIHAK KEDUA.

Surat Perjanjian Internal ini berdasarkan :

1. Undang-undang Republik Indonesia No. 20 Tahun 2003, tentang Sistem Pendidikan Nasional;
2. Undang-undang Republik Indonesia No. 17 Tahun 2003, tentang Keuangan Negara;

Pasal 1

PIHAK PERTAMA memberi tugas kepada PIHAK KEDUA, dan PIHAK KEDUA menerima tugas tersebut sebagai penanggung jawab dan mengkoordinasikan pelaksanaan Penelitian Disertasi Doktor dengan judul dan nama Ketua/Anggota Peneliti sebagai berikut :

Judul : Sintesis Silika Termodifikasi Sulfonat Dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol Gel
Sebagai Penukar Kation Logam Berat Dalam Larutan
Ketua Peneliti : Dra. SITI SULASTRI, MS.
Anggota : 1.
2.
3.

Pasal 2

- (1) PIHAK PERTAMA memberikan dana Penelitian yang tersebut pada Pasal 1 sebesar Rp 30.000.000,00 (Tiga puluh juta rupiah) yang dibebankan kepada Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Universitas Negeri Yogyakarta No. : DIPA-023.04.2.189946/2013 tanggal 5 Desember 2012. Revisi ke-3 No.: DIPA-023.04.2.189946/2013 tanggal 6 Mei 2013.
- (2) PIHAK KEDUA berhak menerima dana tersebut pada ayat (1) dan berkewajiban menggunakan sepenuhnya untuk pelaksanaan penelitian sebagaimana pasal 1 sampai selesai sesuai ketentuan pembelanjaan keuangan negara.

Pasal 3

Pembayaran dana Penelitian Disertasi Doktor ini akan dilaksanakan melalui Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat UNY dan dibayarkan secara bertahap dengan ketentuan sebagai berikut :

- (1) Tahap Pertama 70% sebesar Rp.21.000.000,00 (Dua puluh satu juta rupiah) setelah Surat Perjanjian ini ditandatangani oleh kedua belah pihak.
- (2) Tahap Kedua 20% sebesar Rp. 6.000.000,00 (Enam juta rupiah) setelah PIHAK KEDUA menyerahkan Laporan Akhir Hasil Pelaksanaan Penelitian kepada PIHAK PERTAMA dalam bentuk hardcopy sebanyak 6

Pasal 4

PIHAK KEDUA berkewajiban untuk:

- (1) Mempresentasikan hasil penelitiannya pada seminar yang akan dilaksanakan oleh Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan, Jakarta;
- (2) Mendaftarkan hasil penelitiannya untuk memperoleh HKI;
- (3) Memanfaatkan hasil penelitian untuk proses bahan mengajar;
- (4) Mempublikasikan hasil penelitiannya pada jurnal yang terakreditasi.
- (5) Membayar PPh pasal 21, PPh pasal 22, PPh pasal 23 dan PPh sesuai ketentuan yang berlaku
- (6) Mengikuti Seminar dari Awal sampai dengan selesai

Pasal 5

- (1) Jangka waktu pelaksanaan penelitian yang dimaksud Pasal 1 ini selama 6 (enam) bulan terhitung mulai 27 Mei 2013 sampai dengan 27 Nopember 2013, dan PIHAK KEDUA harus menyelesaikan Penelitian yang dimaksud dalam Pasal 1 selambat-lambatnya **20 Nopember 2013**.
- (2) PIHAK KEDUA harus menyerahkan kepada PIHAK PERTAMA berupa :
 - a. Laporan Akhir Hasil Penelitian dalam bentuk hardcopy sebanyak 6 (enam) eksemplar, dan dalam bentuk soft copy (CD dalam format "*.pdf") sebanyak 1 (satu) keping.
 - b. Artikel Ilmiah untuk dimasukkan ke Jurnal di melalui Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat UNY, yang terpisah dari laporan sebanyak 2 (dua) eksemplar
- (3) Laporan hasil penelitian dalam bentuk hard copy harus memenuhi ketentuan sebagai berikut :
 - a. Bentuk/ukuran kertas kuarto
 - b. Warna cover COKLAT
 - c. Di bagian bawah kulit ditulis :

Dibiayai oleh DIPA Universitas Negeri Yogyakarta dengan Surat Perjanjian Penugasan dalam rangka Pelaksanaan Program Penelitian Disertasi Doktor Tahun Anggaran 2013 Nomor: 500/DIPTN/UN1.01/2013 Tanggal 27 Mei 2013

- (2) Bagi Peneliti yang tidak dapat menyelesaikan kewajibannya dalam Tahun Anggaran yang sedang berjalan dan waktu proses pencairan biayanya telah berakhir, maka seluruh dana yang belum sempat dicairkan dinyatakan hangus dan kembali ke Kas Negara.
- (3) Apabila PIHAK KEDUA tidak dapat melaksanakan tugas sebagaimana dimaksud pada pasal 1 maka harus mengembalikan seluruh dana yang telah diterimanya kepada PIHAK PERTAMA, untuk selanjutnya disetor ke Kas Negara.
- (4) Apabila dikemudian hari terbukti bahwa judul-judul penelitian sebagaimana dimaksud pada Pasal 1 dijumpai adanya indikasi duplikasi dengan penelitian lain dan/atau diperoleh indikasi ketidakjujuran dan itikad kurang baik yang tidak sesuai dengan kaidah ilmiah, maka penelitian tersebut dinyatakan batal dan PIHAK KEDUA wajib mengembalikan seluruh dana penelitian yang telah diterimanya kepada PIHAK PERTAMA untuk selanjutnya disetor ke Kas Negara.

Pasal 7

Hak Kekayaan Intelektual yang dihasilkan dari pelaksanaan penelitian tersebut diatur dan dikelola sesuai dengan peraturan dan perundang-undangan yang berlaku.

Pasal 8

Hasil penelitian berupa peralatan dan / atau alat yang dibeli dari kegiatan penelitian ini adalah milik negara yang dapat dihibahkan kepada Universitas Negeri Yogyakarta atau Lembaga Pemerintah lain melalui Surat Keterangan Hibah.

Pasal 9

Surat Perjanjian Internal Pelaksanaan Penelitian ini dibuat rangkap 2 (dua), dan masing-masing dibubuhi meterai sesuai dengan ketentuan yang berlaku, dan biaya meterainya dibebankan kepada PIHAK KEDUA.

Pasal 10

Hal-hal yang belum diatur dalam perjanjian ini akan ditentukan kemudian oleh kedua belah pihak secara musyawarah.



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

Alamat: Karangmalang, Yogyakarta. 55281.
Telp. (0274) 550839 Fax. (0274) 518617. e-mail: lppm.uny@gmail.com

**BERITA ACARA
PELAKSANAAN SEMINAR PROPOSAL/INSTRUMEN PENELITIAN**

1. Nama Peneliti : Dra. Siti Sulastri, MS.
2. Jurusan/Prodi : Kimia
3. Fakultas : MIPA
4. Skim Penelitian : APDD
5. Judul Penelitian : Sintesis Silika Termodifikasi Sulfonat dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol gel sebagai Penukar Kation Logam Berat dalam Larutan
6. Pelaksanaan : Tanggal 5 Juli 2013 Jam 08.30
7. Tempat : Ruang Sidang Lt 1 LPPM UNJ
8. Dipimpin oleh : Ketua Prof. Dr. Sri Atun
Sekretaris Caturiyati, M. Si.
9. Peserta yang hadir : a. Konsultan : 1 orang
b. Nara sumber : 13 orang
c. BPP : 1 orang
d. Peserta lain : 1 orang
Jumlah : 15 orang

10. Hasil Seminar;

Setelah mempertimbangkan penyajian, penjelasan, argumentasi serta sistematika dan tata tulis, seminar berkesimpulan bahwa proposal penelitian tersebut di atas:

- a. Diterima, tanpa revisi/pembenahan usulan/instrumen/hasil
- b. Diterima, dengan revisi/pembenahan
- c. Dibenahi untuk diseminarkan ulang

Ketua Sidang



Prof. Dr. Sri Atun

NIP. 196510121990012001

Mengetahui
Badan Pertimbangan
Penelitian

Prof. Dr. Sri Atun

NIP. 196510121990012001

Sekretaris
Sidang

Caturiyati, M.Si

NIP. 19731218200032001

DAFTAR HADIR SEMINAR PENELITIAN

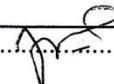
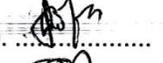
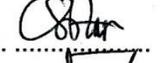
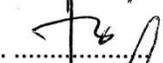
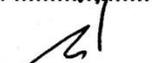
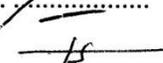
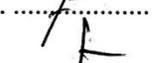
Jenis Seminar : Desain Proposal/Instrumen Penelitian

Hari, Tanggal : Jum'at, 5 Juli 2013

Pukul : 07.30 - Selesai

Tempat : Ruang Sidang LPPM

Kelompok :

No.	N A M A	GELAR	TANDA TANGAN	
1	JAMILAH	Dra. M.Pd.	1. 	
2	ARISWAN	Dr.M.Si.,DEA.	2.	
3	KARYATI	S.Si.,M.Si.	3.	
4	NURFINA AZNAM	Prof. Dr. SU.Apt.	4.	
5	NOVITA INTAN AROVAH		5. 	
6	R YOSI APRIAN SARI	M.Si.	6.	
7	Kun Sri Budiasih	M.Si	7. 	
8	Heru Nurcahyo	Dr. drh. , M.Kes	8.	
9	TIEN AMINATUN	Dr. M.Si.	9.	
10	SITI-SULASTRI	Dra. MS.	10.	
11	RADEN ROSNAWATI	M.Si	11. 	
12	CATURİYATI	S.Si.,M.Si.	12.	
13	YUNI WIBOWO	M.Pd.	13.	
14	RETNA HIDAYAH	MT,Ph.D.	14. 	
15	RATNA WARDANI	Dr. MT	15.	
16	EKO MARPANAJI	Dr. MT	16.	
17	SLAMET WIDODO	MT	17. 	
18	APRI NURYANTO	MT	18.	
19	NURYADIN EKO RAHARJO	M.Pd.	19. 	
20	AGUS SANTOSO	Drs. M.Pd.	20.	
21	BADRANINGSIH LASTARIWATI	M.Kes.	21. 	
22	VALENTINUS LILIK HARIYANTO	Drs. M.Pd.	22.	
23	SUTOPO	MT	23. 	
24	BUDI TRI SISWANTO	Dr. M.Pd.	24.	
25	Suyanta	Dr	25. 	

7



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

Alamat: Karangmalang, Yogyakarta. 55281.
Telp. (0274) 550839 Fax. (0274) 518617. e-mail: lppm.uny@gmail.com

FRM/LEMLIT-PROG/09-02
04 NOV. 2008

BERITA ACARA
PELAKSANAAN SEMINAR HASIL PENELITIAN DANA BOPTN

1. Nama Peneliti : Dra. Siti Sulastri, ms.
2. Jurusan/Prodi : Pend. Kimia/ kimia
3. Fakultas : MIPA
4. Skim Penelitian : APDD
5. Judul Penelitian : Sintesis Silika Termodifikasi Sulfonat dari Abu Sekam Padi melalui Proses Sol Gel Sebagai Penunjang Kation logam Berat dalam
6. Pelaksanaan : Tanggal 14 Nopember 2012 J a m 07.30 - 14.00 *kesutian*
7. Tempat : Ruang Sidang LPPM - UNY
8. Dipimpin oleh : Ketua *Dr. Anislan, m.s., DEA*
Sekretaris *Dr. Tiem Anislan*
9. Peserta yang hadir : a. Konsultan : orang
b. Nara sumber : 1 orang
c. BPP : 2 orang
d. Peserta lain : 11 orang
Jumlah : 14 orang

Prof. Nufma Aznam

SARAN - SARAN

10. Hasil Seminar;

Setelah mempertimbangkan penyajian, penjelasan, argumentasi serta sistematika dan tata tulis, seminar berkesimpulan bahwa hasil penelitian tersebut di atas :

- a. Diterima, tanpa revisi/pembenahan hasil Penelitian
- ⓑ Diterima, dengan revisi/pembenahan
- c. Dibenahi untuk diseminarkan ulang

Ketua Sidang



Dr. Ariswan, M.S., DEA

NIP:

Mengetahui
Badan Pertimbangan
Penelitian

Prof. Dr. Murni Azrom, S.V. Apt.

NIP:

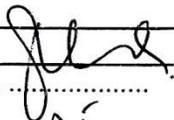
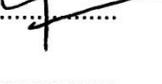
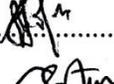
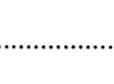
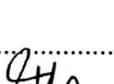
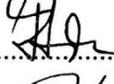
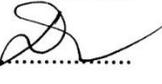
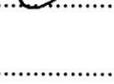
Sekretaris
Sidang

Dr. Tian Ammatun

NIP: 197207021990022001

DAFTAR HADIR SEMINAR HASIL PELITIAN

Jenis Seminar : Hasil Penelitian
 Hari, Tanggal : Kamis, 14 Nopember 2013
 Pukul : 07.30 - Selesai
 Tempat : Ruang Sidang LPPM
 Kelompok :

No.	N A M A	GELAR	TANDA TANGAN	
1	JAMILAH	Dra. M.Pd.	1. 	
2	ARISWAN	Dr.M.Si.,DEA.	2. 	2. 
3	KARYATI	S.Si.,M.Si.	3. 	4. 
4	NURFINA AZNAM	Prof. Dr.	4. 	6. 
5	NOVITA INTAN AROVAH		5. 	
6	R YOSI APRIAN SARI	M.Si.	6. 	
7	Dwi Rahdiyanta	M.Pd	7. 	
8	TIEN AMINATUN	Dr. M.Si.	8. 	
9	SITI SULASTRI	Dra. MS.	9. 	
10	RADEN ROSNAWATI	M.Si	10. 	
11	CATURİYATI	S.Si.,M.Si.	11. 	
12	YUNI WIBOWO	M.Pd.	12.	
13	Muh. Farozin	Dr.	13.	
14	DWI SISWOYO	Dr.M.Hum.	14. 	14. 
15	EDI PURWANTA	Dr.M.Pd.	15.	
16	Fathur Rahman	M.Si	16. 	16.
17	Purwandari	M.Pd	17.	
18	SUGIHARTONO		18. 	18.
19	MIFTAHUDDIN		19.	
20	ACHMAD DARDIRI	Prof. Dr.	20. 	20.
21	PRATIWI PUJIASTUTI	Dr.	21.	
22	ANIK GUFRON	Prof.	22.	
23	APRILIA TINA LIDYASARI	M.Pd.	23.	
24	SERAFIN WISNI SEPTIARTI		24.	
25	AJAT SUDRAJAT	Dr	25.	