

**LAPORAN PENELITIAN DIPA  
FMIPA UNLAM SEMESTER GENAP TA 2015/2016**



**KAJIAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG) TERHADAP  
SINTESIS MIKROSILIKA DARI ABU SEKAM PADI  
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

**Oleh**

**Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si (Ketua)  
Dahlana Ariyani, S.Si, M.S (Anggota)  
Kamilia Mustikasari, S.Si, M.Si (Anggota)**

**Biaya oleh DIPA-PBNP FMIPA Unlam Semester Genap TA 2015/2016  
Sesuai dengan Surat Keputusan Dekan FMIPA UNLAM  
Nomor : 082/UN8.1.28/PS/2016**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT  
BANJARBARU  
2016**

**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN PENELITIAN DIPA  
FMIPA UNLAM SEMESTER GENAP TA 2015/2016**

1. Judul Penelitian : Kajian Penambahan Polietilen Glikol (PEG) Terhadap Sintesis Mikrosilika dari Abu Sekam Padi Menggunakan Metode Sol-Gel
2. Ketua Peneliti  
a. Nama Lengkap : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si  
b. Jenis Kelamin : Perempuan  
c. NIP : 19810516 200801 2 023  
d. Disiplin Ilmu : Kimia Anorganik  
e. Pangkat/Golongan : Penata /IIIc  
f. Jabatan : Lektor  
g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia  
h. Alamat : Jl. A. Yani Km.36 Banjarbaru  
i. Telpon/Fax/Email : 0511-4773112  
j. Alamat Rumah : Jl. Kuranji Komplek Nusantara Griya Permai D17 Landasan Ulin- Banjarbaru 70714  
k. Telpon/fax/E-mail : 081348475671/drmujiyanti@unlam.ac.id
3. Jumlah Tim Peneliti : 2 (Dua) orang  
a. Nama Anggota I : Dahlena Ariyani, S.Si, M.S  
b. Nama Anggota II : Kamilia Mustikasari, S.Si, M.Si
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Dasar FMIPA UNLAM Banjarbaru
5. Waktu Penelitian : 5 (lima) bulan
6. Biaya Yang Disetujui : Rp. 3.000.000,00 (Tiga Juta Rupiah)
7. Sumber Dana : DIPA FMIPA Unlam

Banjarbaru, 27 Oktober 2016

Mengesahkan,  
Dekan FMIPA Unlam,

Dr. Heni Bodi Santoso, M.Si  
NIP. 19600911 199401 1 006

Ketua Peneliti,

Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si  
NIP. 19810516 200801 2 023

Menyetujui,  
Ketua LPPM Unlam

Prof. Dr. M. Arief Soendjoto, M.Sc  
NIP. 19600623 198801 1 001

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris yang salah satu produk utamanya adalah padi. Wilayah penghasil sekam padi antara lain Jawa, Sumatera, Sulawesi, Kalimantan, Bali dan Nusa Tenggara. Pulau Kalimantan merupakan penghasil sekam padi terbesar keempat setelah Sulawesi (Suyitno, 2009). Pada data estimasi perkembangan sekam padi pada tahun 2012 untuk daerah Kalimantan Selatan sebesar 500.693,04 ton (Nur, 2014). Sampai saat ini pengelolaan limbah sekam padi masih kurang dimanfaatkan, kebanyakan sekam padi dibakar untuk dijadikan campuran pada tanah tanaman hias.

Menurut Luh (1991) sekam padi memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu sebesar 18-22%, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pembuatan nanomaterial berupa nanosilika. Suatu material dikatakan nano apabila memiliki ukuran 1-100 nm (10<sup>-9</sup> meter). Silika banyak digunakan dalam aplikasi dibidang industri seperti bahan campuran pada beton dengan silika berukuran mikron. Sedangkan keramik, karet, elektronik, katalis, farmasi, dan kosmetik ukuran silika nya berupa nano (Izzati et al., 2013).

Metode untuk mendapatkan silika berukuran kecil digunakan metode milling dengan ball mill. Metode ini biasanya digunakan dalam industri karena produk akhir yang dihasilkan tidak homogen, memerlukan skala besar, dan memakai suhu yang tinggi. Selama ini untuk pembuatan nanosilika dalam skala laboratorium menggunakan metode sol-gel karena biayanya yang lebih murah, lebih sederhana dan lebih mudah mengontrol kondisinya. Metode sol-gel merupakan salah satu “wet method” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi memiliki tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Brinker & Scherer, 1990).

Arif (2011) telah melakukan sintesis nanosilika dengan menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika. Dari hasil penelitian tersebut didapatkan ukuran silika yang

belum seragam, sehingga perlu penambahan suatu zat yang dapat membentuk dan mengontrol ukuran partikel tersebut. Luas permukaan silika dapat ditingkatkan dengan adanya pori-pori pada partikel silika dengan cara penambahan template. Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran serta struktur pori silika adalah polietilen glikol (PEG). Dalam hal ini PEG dapat berfungsi sebagai template dan pembungkus partikel silika sehingga tidak terbentuk agregat. Karena PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion negatif silanol, dan pada akhirnya akan diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Balkis & Setiawan, 2009).

Perdana et al. (2011) melaporkan bahwa nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan PEG sebagai template. Dari hasil penelitian tersebut, didapatkan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan ukuran  $10,9 \pm 0,3$  nm. Penambahan PEG-1000 berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Dengan bertambahnya volume PEG-1000 menunjukkan ukuran kristal yang semakin kecil yaitu sekitar  $6,5 \pm 0,1$  nm. Selain itu, Balkis & Setiawan (2009) mengembangkan metode sintesis partikel mesopori silika menggunakan metode sol-gel. Morfologi silika dikontrol menggunakan template PEG yang divariasikan. Dari hasil penelitian menunjukkan volume pori silika menurun seiring dengan peningkatan konsentrasi template, sebaliknya semakin tinggi konsentrasi template maka luas permukaan yang dihasilkan cenderung meningkat.

Nofianti (2013) juga telah melakukan sintesis alumina dari kaolin menggunakan metode sol-gel dengan penambahan PEG-6000 sebagai template. Dari hasil penelitian tersebut, didapatkan ukuran silika alumina yaitu  $0,03-0,4$   $\mu\text{m}$ . Variasi konsentrasi polietilen glikol (PEG)-6000 mempengaruhi keberadaan gugus fungsional, kristanilitas dan morfologi alumina yang dihasilkan. Berdasarkan analisis SEM menunjukkan bahwa penambahan PEG-6000 menyebabkan ukuran struktur kristal partikel alumina yang terbentuk lebih seragam.

Ketersediaan sumber silika pada limbah sekam padi di daerah Gambut, Kalimantan Selatan, dapat dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika, dan diolah lebih lanjut sebagai nanosilika. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis nanosilika dari abu sekam padi Gambut menggunakan metode sol-gel dengan bahan baku prekursor larutan natrium silikat dengan mengkaji pengaruh konsentrasi PEG untuk

membentuk struktur partikel menjadi seragam. Dalam karakterisasi nanosilika alat instrumentasi yang digunakan berupa Fourier Transform Infrared (FTIR) dan scanning electron microscope (SEM) dimana alat tersebut dapat mengetahui gugus fungsi dan memberikan gambaran bentuk, ukuran partikel, serta morfologi bahan.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Perumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh konsentrasi polietilen glikol (PEG) terhadap perubahan ukuran dan struktur partikel mikrosilika ( $\text{SiO}_2$ ) yang disintesis menggunakan metode sol-gel ?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh data ilmiah berupa pengaruh konsentrasi polietilen glikol (PEG) terhadap perubahan ukuran dan struktur partikel mikrosilika ( $\text{SiO}_2$ ) yang disintesis menggunakan metode sol-gel

## **1.4 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah bertujuan untuk memberikan informasi ilmiah metode sintesis mikrosilika ( $\text{SiO}_2$ ) dengan penambahan polietilen glikol (PEG) sebagai pengontrol ukuran, bentuk, serta struktur pori silika dengan proses yang lebih mudah dan ekonomis.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Silika dari Abu Sekam Padi**

Sekam padi merupakan hasil samping dari penggilingan padi yang terletak pada lapisan luar gabah dan dimanfaatkan sebagai sumber energi panas. Sekam padi memiliki kandungan silika terbanyak dibandingkan dengan hasil samping pengolahan padi lainnya seperti dapat dilihat di Tabel 2.1

Tabel 1. Kandungan silika dalam produk samping padi

Komponen	Silika
Sekam	18,0-22,3 %
Dedak	0,2-0,3 %
Bekatul	0,6-1,1 %
Jerami	4,0-7,0 %

Sampai saat ini pengelolaan limbah sekam padi masih kurang dimanfaatkan, kebanyakan sekam padi dibakar untuk dijadikan campuran pada tanah tanaman hias, pembakaran bata merah, alas ternak untuk unggas, dan sebagai bahan energi alternatif (Chandra dkk, 2012).

Sekam padi yang dihasilkan dari proses penggilingan sebesar 65% beras, 20% sekam padi dan sisanya merupakan zat pengotor yang hilang (Marlina dan Feri, 2012). Komposisi abu sekam padi didominasi oleh silika seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi Abu Sekam Padi

Komposisi Abu Sekam Padi (%)			
Senyawa	Nuryono dkk (2004)	Folletto (2006)	Mujiyanti dkk (2010)
SiO <sub>2</sub>	98,0	94,4	95,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01	0,61	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,03	0,03	0,16
CaO	0,26	0,83	1,11
MgO	0,11	1,21	-
Na <sub>3</sub> O	0,06	0,77	-
K <sub>2</sub> O	-	1,06	2,39
MnO	-	0,59	0,65
CuO	-	-	0,09

Dari ketiga data komposisi abu sekam padi pada Tabel 2 tersebut menunjukkan bahwa komposisi silika pada abu sekam padi lebih tinggi. Hal ini dapat menjadikan abu sekam padi sebagai bahan baku dalam pembuatan berbasis silika.

Penelitian kali ini digunakan silika (SiO<sub>2</sub>) yang terdapat pada abu sekam padi dalam pembuatan material berskala nano melalui metode sol-gel. Abu sekam padi yang diperoleh dari hasil pembakaran menghasilkan residu yang berupa silika (SiO<sub>2</sub>) dan sedikit zat pengotor yang menempel seperti oksida alkali, alkali tanah dan unsur minor lainnya. Silika sekam padi dalam bentuk sol dapat diperoleh dengan mudah yaitu dengan cara mengekstraksi silika (SiO<sub>2</sub>) dengan NaOH untuk menghasilkan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>). Persamaan reaksi pembentukan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>:



Larutan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) apabila ditambahkan asam akan terbentuk silika hidrosol yang apabila didiamkan akan membentuk hidrogel. Pemanasan terhadap hidrogel pada suhu 120°C akan mengakibatkan dehidrasi pada hidrogel dan pada akhirnya membentuk silika gel yang mempunyai rumus kimia umum SiO<sub>2</sub> · xH<sub>2</sub>O dengan kandungan air yang bervariasi (Arif, 2011).

## 2.2 Nanopartikel

Nanoteknologi merupakan suatu bidang ilmu dan teknik yang berkaitan dengan desain, karakterisasi, produksi dan aplikasi suatu bahan, serta struktur yang memiliki ukuran 1-100 nm ( $10^{-9}$  meter) (Hartl & Andreas, 2015). Nanoteknologi bertujuan untuk melakukan rekayasa, memanipulasi dan mengontrol sebuah objek dengan ukuran nanometer (Rochman, 2004). Material yang berskala nanometer biasanya disebut dengan nanopartikel. Nanopartikel memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (bulk). Nanopartikel dapat berupa logam, oksida logam, semikonduktor, polimer, material karbon, senyawa organik dan biologi (Nagarajan & Horton, 2008).

Saat ini, perkembangan nanoteknologi dalam aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama dalam penggunaan silika dengan ukuran partikel yang kecil yaitu skala mikron atau nano. Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya, memiliki kestabilan yang bagus, bersifat biokompatibel (Yuan, *et al.*, 2010), luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi, dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis dan adsorben (Kalapathy *et al.*, 2002).

Silika dengan ukuran mikron banyak diaplikasikan sebagai bahan campuran pada beton. Rongga yang kosong diantara partikel semen akan diisi oleh mikrosilika sehingga berfungsi sebagai bahan penguat beton dan meningkatkan daya tahan. Sedangkan silika yang berskala nano digunakan sebagai bahan campuran dalam pembuatan keramik, karet, elektronik, katalis, bidang farmasi, kosmetik dan yang lainnya (Izzati dkk, 2013).

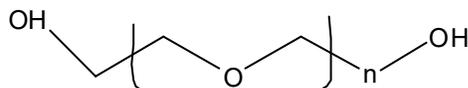
Abdullah *et al.* (2008) menyatakan ada dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran yang besar yaitu: (a) karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar sehingga membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum.

Karakter bahan nano diakibatkan oleh efek luas permukaan dan kuantum yang mendominasi perubahan sifat dari bahan nano. Efek luas permukaan meliputi sifat

konduktivitas, katalitik, kekuatan material, kemampuan tahan api, anti air dan anti karat. Sedangkan efek kuantum mencakup sifat elektrik, magnetik dan optik. Sifat-sifat tersebut tidak akan berubah lagi apabila sudah mencapai ukuran nano (Rochani & Wahyudi, 2010).

### 2.3 Polyethylene Glycol (PEG)

Polietilen glikol (PEG) adalah polimer yang larut dalam air, mempunyai sifat stabil, tidak beracun, non-korosif, tidak berbau, tidak berwarna, memiliki titik lebur yang sangat tinggi (580°F), dan higroskopik (mudah menguap). PEG memiliki sifat biodegradasi, namun bersifat nontoksik (Shameli *et al.*, 2012). Polietilen glikol (PEG) disebut juga makrogol, merupakan polimer sintetik dari oksietilen dengan rumus struktur  $\text{HO-CH}_2\text{-(CH}_2\text{-O-CH}_2\text{)-}_n\text{-CH}_2\text{-OH}$ , dimana  $n$  adalah jumlah rata-rata gugus oksietilen. PEG umumnya memiliki bobot molekul antara 200-300.000 (Alatas, 2006).



**Gambar 1.** Struktur Polietilen Glikol (PEG)

Variasi berat molekul PEG berkisar antara 200-35000. Penamaan PEG umumnya ditentukan oleh bilangan yang menunjukkan berat molekul rata-rata (Perdana, 2011). PEG dengan berat molekul 200-600 (PEG 200-600) berbentuk cair, PEG 1000-1500 berbentuk semi padat, dan PEG 3000-20000 atau lebih berupa padatan semi kristalin, dan PEG dengan bobot molekul lebih besar dari 100000 berbentuk seperti resin pada suhu kamar. Umumnya PEG dengan bobot molekul 1500-20000 yang digunakan untuk pembuatan dispersi padat (Alatas, 2006).

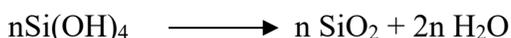
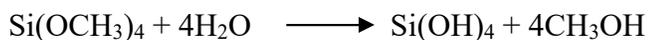
Polietilen glikol (PEG) berpengaruh terhadap distribusi ukuran partikel. Perdana *et al.* (2011), melaporkan bahwa salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan sekaligus mengontrol ukuran dan struktur pori dari partikel adalah polietilen glikol (PEG). Dalam peran ini PEG dapat berfungsi sebagai *template*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, dikarenakan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergabung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Akan tetapi, agar dapat bekerja sesuai dengan fungsinya, diperlukan PEG

dengan panjang molekul dan jumlah yang tepat; misalnya, untuk PEG 2000 diperlukan sekitar 200 % dari jumlah bahan yang ditambahkan.

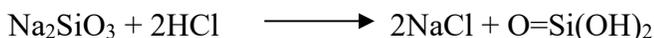
## 2.4 Proses Sol-gel

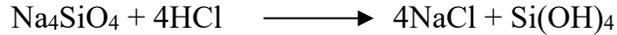
Proses sol-gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2012). Proses sol-gel dapat digambarkan sebagai pembentukan suatu jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor dalam medium cair (Schubert & Husing, 2000). Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel silika (SiO<sub>2</sub>). Metode ini memiliki kelebihan seperti, proses berlangsung pada suhu rendah, prosesnya relatif lebih mudah, bisa diaplikasikan dalam segala kondisi, menghasilkan produk dengan kemurnian dan kehomogenan yang tinggi jika parameternya divariasikan, serta biayanya relatif murah dan produk berupa xerogel silika yang dihasilkan tidak beracun (Zawrah *et al*, 2009).

Molekul prekursor yang biasa digunakan dalam pembuatan silika gel adalah senyawa silikon alkoksida seperti tetrametil ortosilikat (TMOS) atau tetraetil ortosilikat (TEOS). TMOS atau TEOS akan terhidrolisis dengan penambahan air atau pelarut organik (etanol, metanol) dalam sejumlah tertentu, membentuk gugus silanol Si-OH sebagai *intermediet*. Gugus silanol ini kemudian terkondensasi membentuk gugus siloksan Si-O-Si. Reaksi hidrolisis dan kondensasi ini terus berlanjut sehingga viskositas larutan meningkat dan terbentuk gel (Brinker & Scherer, 1990).



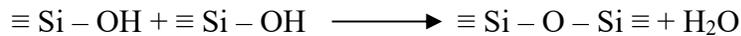
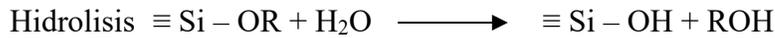
Selain menggunakan senyawa silikon alkoksida, larutan garam silikat seperti natrium meta-silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) dan natrium orto-silikat (Na<sub>4</sub>SiO<sub>4</sub>) juga digunakan sebagai prekursor pembentukan silika gel melalui proses sol gel ini. Larutan garam silikat ini bila diasamkan perlahan-lahan sampai pH 7 akan membentuk gel dengan reaksi sebagai berikut :





Asam orto-silikat  $\text{H}_4\text{SiO}_4$  atau biasa ditulis  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dapat mengalami kondensasi membentuk ikatan siloksan Si-O-Si dan kondensasi lebih lanjut akan menghasilkan struktur polimer tiga dimensi yang tidak teratur yang disebut silika gel (Arif, 2011).

Proses sol-gel terbagi ke dalam 4 tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging*, dan kalsinasi. Reaksi kimia yang menyertai proses sol-gel dapat digambarkan sebagai berikut :



Prinsip dasar dari proses sol-gel adalah perubahan atau transformasi dari spesies Si-OR atau Si-OH menjadi siloksan Si-O-Si. Mekanisme reaksi dalam proses sol-gel dapat berbeda tergantung pada kondisi reaksinya, dalam kondisi asam atau basa (Arif, 2011). Selanjutnya proses *aging*, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan. Tahap terakhir yaitu proses penguapan larutan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Kalsinasi berguna untuk melepaskan template yang digunakan pada saat proses sol-gel (Kurniyasari, 2012).

## 2.5 Analisis FTIR

Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode analisis yang sangat berguna untuk identifikasi gugus fungsi pada suatu molekul yang mempunyai spektrum absorpsi berupa alur %T sebagai fungsi gelombang dalam  $\mu\text{m}$  atau  $\text{cm}^{-1}$ . Metode ini telah digunakan secara luas untuk pencirian bahan-bahan humat dan telah terbukti berguna dan dapat mengidentifikasi tiga fraksi senyawa humat yang berbeda, seperti asam fulvat, humin, asam humat.

Secara sederhana prosedur operasionalnya adalah sebagai berikut : Cahaya dari sumber dipisahkan menjadi dua berkas yang sama. Salah satunya dilewatkan melalui kompartemen sampel dan yang lain bertindak sebagai berkas pembanding. Kedua berkas kemudian dicerminkan ke *chopper* yang memiliki penggalan cermin yang berputar. Ketika *chopper* berputar maka berkas sampel dan referensi akan dipantulkan terarah ke

kisi monokromator, kemudian secara perlahan masing-masing frekuensi individu dikirim ke detektor (Arya, 2006).

Ketika sampel telah menyerap cahaya dengan frekuensi tertentu, detektor akan menerima arahan dari *chopper* masing-masing sebuah berkas dengan intensitas kuat dari berkas referensi dan intensitas lemah dari sampel. Hal ini menyebabkan amplifier menerima sinyal yang tidak berimbang sehingga akan digabungkan dengan sebuah *servomotor* yang akan mengatur tuas optik untuk mengarahkan berkas referensi sampai akhirnya detektor menerima cahaya dengan intensitas yang sama dari berkas sampel dan referensi. Hasil sinyal dari detektor dikenal sebagai interferogram yang disimpan dalam *memory 1* dan berisi semua informasi yang diperlukan untuk menyusun kembali spektrum lewat proses matematika yang dikenal dengan *Fourier transformation* (Arya, 2006).

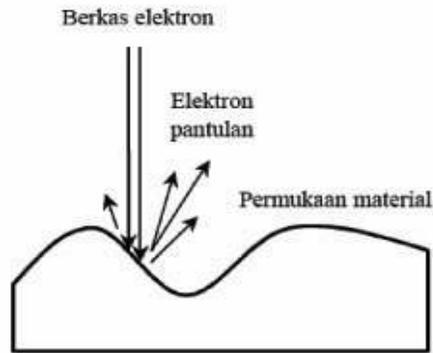
## **2.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. SEM sangat cocok digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali (Anggraeni, 2008). Analisis dengan SEM pada dasarnya merupakan pemeriksaan dan data analisis permukaan. Tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan yang tebalnya sekitar 20  $\mu$ m dari permukaan (Siswosuwarno, 1996).

Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi seperti diilustrasikan pada gambar 3. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan. Kita dapat membatasi

lokasi pengamatan dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer (Abdullah & Khairurrijal, 2009).



**Gambar 3.** Dalam SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material. Elektron pantulan dan elektron sekunder dipancarkan kembali dengan sudut yang bergantung pada profil permukaan material.

Masrukan *et al.* (1999) menyatakan bahwa sinyal yang keluar dari detektor berpengaruh terhadap intensitas cahaya di dalam tabung monitor, karena jumlah cahaya yang dipancarkan oleh monitor sebanding dengan jumlah elektron yang berinteraksi dengan sampel. Apabila jumlah elektron yang dipancarkan semakin banyak maka gambar yang dihasilkan semakin terang dan demikian sebaliknya. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas. Agar profil permukaan bukan logam dapat diamati dengan jelas dengan SEM maka permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan pada bulan April 2016 sampai dengan Agustus 2016. Penelitian dilakukan di Laboratorium Dasar Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru. Identifikasi gugus fungsi menggunakan Spektrofotometer FTIR-8021 PC Shimadzu dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada Yogyakarta.

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah berbagai alat gelas laboratorium seperti labu takar, pengaduk gelas, pipet tetes, pipet volume, gelas beker, erlenmeyer, dan termometer; neraca analitik OHAUS model *Galaxy* TM 160, oven merk *Memmert*, *hot plate* merk *Cimarec*, neraca analitik (*Mettler* AE 160, Jerman), ayakan 170 mesh *Retsch*, *Furnace Heraeus Hanau* Tipe: KR-170-E, pengaduk magnetik, seperangkat alat refluks, botol semprot, cawan porselen, kertas saring *Whatman* No. 42, pH meter *Jenway* 3040 *ion Analyzer*, pH indikator universal, difraktor sinar-X *Philips Analytical Xpert MPD* dan SEM JEOL JSM-6360LA.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel limbah dari abu sekam padi yang diambil dari lokasi penggilingan padi yang berada di daerah Gambut Kalimantan Selatan, NaOH padat ( $M_r = 40,00 \text{ g/mol}$ ) (p.a. Merck), HCl pekat (37%,  $\rho = 1,19 \text{ kg/l}$ ,  $M_r = 36,5 \text{ g/mol}$ ) (p.a. Merck),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (p.a Merck),  $\text{NH}_4\text{OH}$ , *polyethylene glycol* (PEG, berat molekul 1000) dan akuades.

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1 Preparasi abu sekam padi**

Abu sekam padi kering diambil dari tempat penggilingan padi di daerah Gambut. Abu sekam dimasukkan ke dalam cawan porselen untuk selanjutnya dipanaskan dalam tungku pemanas (*furnace*) selama 1 jam pada temperatur  $650^\circ\text{C}$ . Abu sekam yang

dihasilkan digerus kemudian diayak sehingga diperoleh serbuk abu yang lolos pada ayakan 170 *mesh*.

### **3.3.2 Ekstraksi silika dari abu sekam padi**

Sebanyak 10 gram abu sekam padi dilarutkan dengan 80 mL NaOH dengan konsentrasi 3,0 N menggunakan *stirring hot plate*, campuran dipanaskan pada suhu 100°C dalam gelas beker 250 mL selama 4 jam dengan pengadukan konstan. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades hangat sebanyak 20 mL. Filtrat yang dihasilkan adalah larutan natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Filtrat kemudian didinginkan pada suhu kamar dan dibiarkan semalam.

Natrium silikat ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 N tetes demi tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu pemanasan berkisar 95°C sampai terbentuk gelatin hingga pH 2 dan ditambah larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai pH 7. Gel yang terbentuk didiamkan semalam pada suhu kamar, kemudian disaring, dicuci dengan akuades hangat dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 12 jam.

### **3.3.3 Sintesis mikrosilika gel**

Silika yang telah diekstrak direfluks dalam 80 mL HCl 6 N selama 4 jam pada suhu 95°C. Sampel kemudian dicuci dengan akuades hangat sampai filtrat terbebas dari asam. PEG-1000 yang berbentuk padatan, dipanaskan dan dilelehkan pada suhu 40°C. PEG-1000 yang sudah mencair ditambahkan dalam larutan prekursor dengan variasi konsentrasi dari 0,005-0,02 g/L, lalu diaduk. Ke dalam larutan ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  12 molar sebanyak  $\pm 30$  mL sambil terus diaduk dan dipanaskan pada suhu  $\sim 70$  °C. Endapan yang terbentuk dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan akuades berulang kali. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel  $\text{SiO}_2$ , endapan dikeringkan dalam oven pada suhu sekitar 70°C selama 5 jam.

### **3.3.4 Identifikasi gugus fungsi**

Mempreparasi sampel mikrosilika dengan berbagai variasi konsentrasi PEG dalam bentuk pelet KBr. Kira-kira 1 mg dari bubuk sampel dicampur dengan 200 mg KBr lalu digerus dengan mortar, kemudian ditumbuk selama 10 menit. Setelah itu dipadatkan kira-kira 40 mg dengan pompa hidraulik inframerah pada tekanan sebesar 8 ton selama 60 detik. Kemudian masing-masing sampel dalam bentuk pelet dianalisis dengan Spektrofotometer FTIR.

### **3.3.5 Analisis SEM**

Karakterisasi SEM dilakukan menggunakan SEM JEOL JSM-6360. Sampel membran dipotong kemudian direkatkan pada kepingan spesimen holder dan *disputtering* menggunakan mesion ion sputter JFC-1100. Lapis tipis yang diberikan dalam proses *sputtering* adalah lapis emas-paladium. Selanjutnya sampel siap dikarakterisasi. Pengambilan gambar permukaan sampel dilakukan pada perbesaran 10000x, 20000x, 40000x dan 60000x.

### **3.4 Analisis Data**

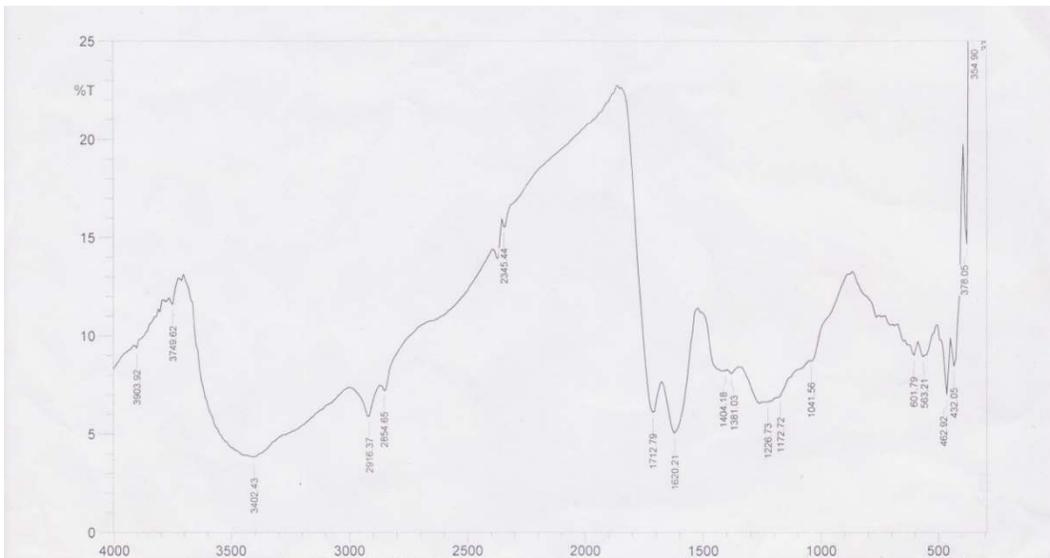
Data diolah dengan menyusunnya dalam bentuk tabel, dianalisis berdasarkan parameter-parameter yang diteliti dan secara kimia. Analisis data dilakukan secara deskriptif dengan membaca spektra dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR dan SEM. Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui bahan polimer dan analisis gugus fungsi suatu senyawa dengan cara menentukan dan melihat puncak-puncak yang dihasilkan. Morfologi permukaan nanosilika dari abu sekam padi hasil sintesis diamati menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) pada berbagai perbesaran 5000x, 10000x dan 20000x pada pemotretan nanosilika.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Isolasi Asam Humat

Asam humat yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam humat yang diisolasi dari tanah gambut yang diambil dari kecamatan Gambut, Kabupaten Banjar, Kalimantan Selatan. Metode isolasi tanah gambut ini mengikuti metode yang disarankan oleh *International Humic Substances Society* (IHSS) dengan beberapa modifikasi (Santoso dkk., 2004). Hasil karakterisasi inframerah asam humat hasil isolasi dari tanah gambut ditunjukkan pada Gambar 10.



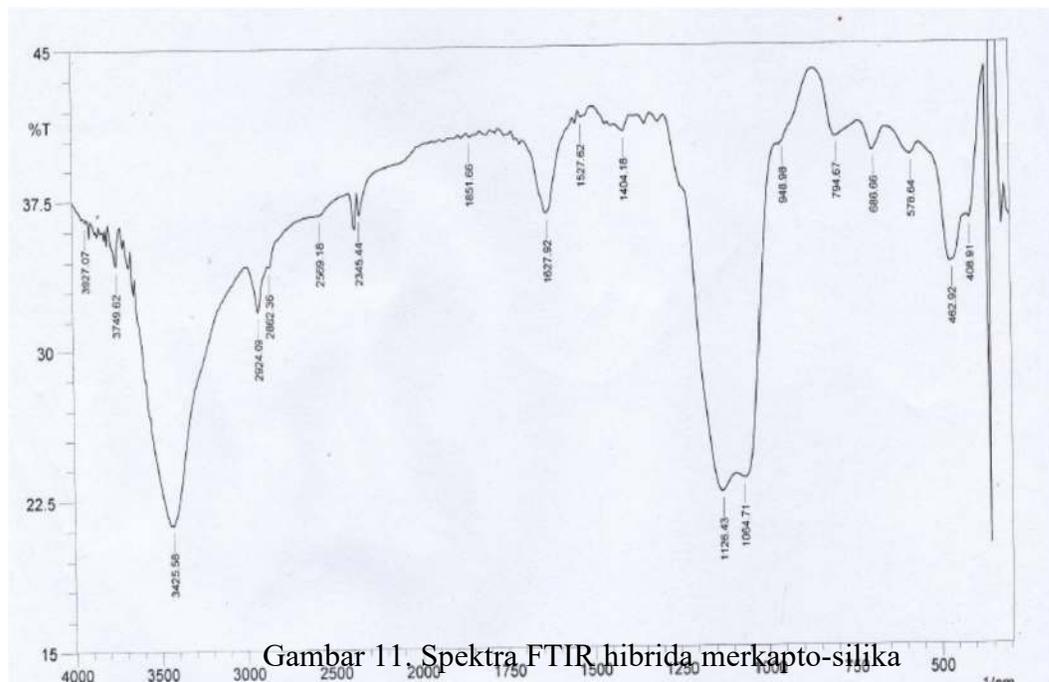
Gambar 10. Spektra FTIR asam humat

Berdasarkan pola serapan pada Gambar 10 menunjukkan adanya serapan kuat melebar pada bilangan gelombang  $3402,43 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur dari  $\text{-OH}$ . Serapan pada bilangan gelombang  $2916,37 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2854,65 \text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi adanya vibrasi ulur dari  $\text{-CH}$  alifatik. Pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang  $1712,79 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus karbonil  $\text{C=O}$  dari karboksilat ( $\text{-COOH}$ ), bilangan gelombang ini khas untuk  $\text{C=O}$  dari gugus karboksilat akibat keterlibatan resonansi gugus  $\text{-C=O}$  dalam  $\text{COOH}$  sehingga sedikit lebih rendah bila dibandingkan dengan bilangan gelombang serapan  $\text{-C=O}$  pada gugus karbonil terisolasi ( $1730 \text{ cm}^{-1}$ ). Bilangan gelombang  $1620,21 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan uluran  $\text{-C=C}$

dari senyawa aromatis. Vibrasi tekuk -OH dari COOH teridentifikasi dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1226,73  $\text{cm}^{-1}$ . Vibrasi ulur -OH dari COOH ini diperkuat dengan munculnya pita serapan pada bilangan gelombang 2351,44  $\text{cm}^{-1}$ .

## 4.2 Karakterisasi Hibrida Merkпто Silika

Karakterisasi adsorben hibrida merkпто-silika (HMS) dilakukan dengan metode spektroskopi inframerah (FTIR) yang digunakan untuk identifikasi gugus fungsional dan struktur dari masing-masing adsorben. Hasil karakterisasi Spektrum FTIR dari HMS.



Gambar 11. Spektra FTIR hibrida merkпто-silika

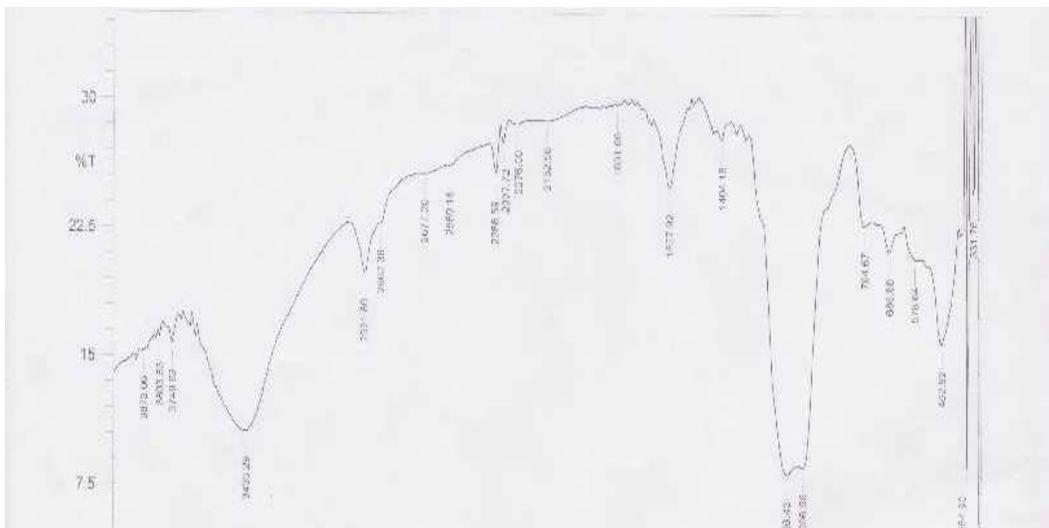
Berdasarkan pola serapan pada Gambar 11 merupakan spektra dari HMS hasil sintesis. Adanya pola serapan pada spektra yang dihasilkan menunjukkan keberhasilan proses imobilisasi senyawa 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol melalui proses sol-gel menghasilkan HMS. Pita serapan HMS pada bilangan gelombang di sekitar 3425,58  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur gugus -OH dari Si-OH dan pita serapan pada bilangan gelombang di sekitar 948,98  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH. Vibrasi tekuk dari gugus siloksan (Si-O-Si) pada silika gel ditunjukkan serapan pada bilangan gelombang 462,9  $\text{cm}^{-1}$  dan mengalami pergeseran kebilangan gelombang yang lebih rendah pada HMS, hal ini diduga disebabkan adanya perubahan lingkungan gugus

siloksan (Si-O-Si) hasil kondensasi antara anion silikat dengan gugus silanol akibat terbentuknya gugus siloksan hasil kondensasi gugus silanol dan senyawa TMSP.

Keberhasilan sintesis HMS diindikasikan dengan munculnya pita serapan pada bilangan di sekitar  $2924,09\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan akibat vibrasi  $\text{-CH}$  dan juga pita serapan di daerah  $1408,18\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan akibat vibrasi  $\text{-C-C-}$  dari gugus metilen ( $\text{-CH}_2\text{-}$ ). Pita serapan  $\text{-SH}$  yaitu vibrasi dari gugus aktif  $\text{-SH}$  yang muncul lemah pada daerah  $2569,18\text{ cm}^{-1}$ . Menurut Sastrohamidjojo (1992) yang mengatakan bahwa senyawa-senyawa organik yang memiliki gugus  $\text{-SH}$  menyerap lemah pada daerah  $2600\text{-}2550\text{ cm}^{-1}$ .

### 4.3 Imobilisasi Asam Humat pada Hibrida Merkпто Silika

Imobilisasi asam humat pada hibrida merkпто silika didasarkan adanya interaksi antara gugus karboksilat ( $\text{-COOH}$ ) yang ada pada asam humat dengan gugus tiol ( $\text{-SH}$ ) pada hibrida merkпто silika. Untuk mengetahui keberhasilan imobilisasi asam humat oleh hibrida merkпто silika maka dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR. Hasil karakterisasi FTIR imobilisasi AH pada HMS ditunjukkan pada Gambar 12.



### Gambar 12. Spektra FTIR AH-HMS

Berdasarkan spektrum inframerah pada Gambar 12 yang merupakan hasil karakterisasi FTIR AH-HMS adanya bilangan gelombang  $3433,29 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{-OH}$ , serapan ini dapat berasal dari asam humat atau hibrida merkapto silika. Serapan yang ditunjukkan pada bilangan gelombang  $2931,80 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{-CH}$  alifatik dari asam humat atau hibrida merkapto silika. Serapan pada bilangan gelombang  $1627,92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{-C=C}$  aromatik dari asam humat. Serapan bilangan gelombang  $2351,44 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dari  $\text{COOH}$ . Serapan bilangan gelombang  $2569,18 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{-SH}$  dari hibrida merkapto silika. Pada Gambar 12 setelah asam humat diimobilisasi oleh hibrida merkapto silika, ada beberapa bilangan gelombang dari asam humat yang tidak muncul yaitu, bilangan gelombang  $1700 \text{ cm}^{-1}$  gugus  $\text{C=O}$  dari  $\text{-COOH}$ , bilangan gelombang  $1226,73 \text{ cm}^{-1}$   $\text{C-OH}$  dari  $\text{COOH}$ , bilangan gelombang  $1381,03$  anion  $\text{COO}^-$ . Pada Gambar 12 bilangan gelombang  $1381,03 \text{ cm}^{-1}$  tidak muncul, yang berarti tidak ada vibrasi anion karboksilat. Ini dapat terjadi karena kemungkinan tidak ada interaksi antara gugus karboksilat ( $\text{-COOH}$ ) asam humat dengan gugus tiol ( $\text{-SH}$ ) dari HMS. Untuk lebih jelasnya, bilangan gelombang dapat terlihat pada table 1.

**Tabel 1. Hasil karakterisasi gugus fungsional imobilisasi asam humat pada hibrida merkapo silika.**

asam humat	Produk Imobilisasi AH-HMS	Gugus Fungsi
$3402,43 \text{ cm}^{-1}$	$3433,29 \text{ cm}^{-1}$	Uluran OH
$2916,37 \text{ cm}^{-1}$	$2931,80 \text{ cm}^{-1}$	C-H alifatik
$2854,65 \text{ cm}^{-1}$		
$1712,79 \text{ cm}^{-1}$		$\text{C=O}$ ( $\text{COOH}$ )
$1620,21 \text{ cm}^{-1}$	$1627,92 \text{ cm}^{-1}$	$\text{C=C}$ (aromatis)

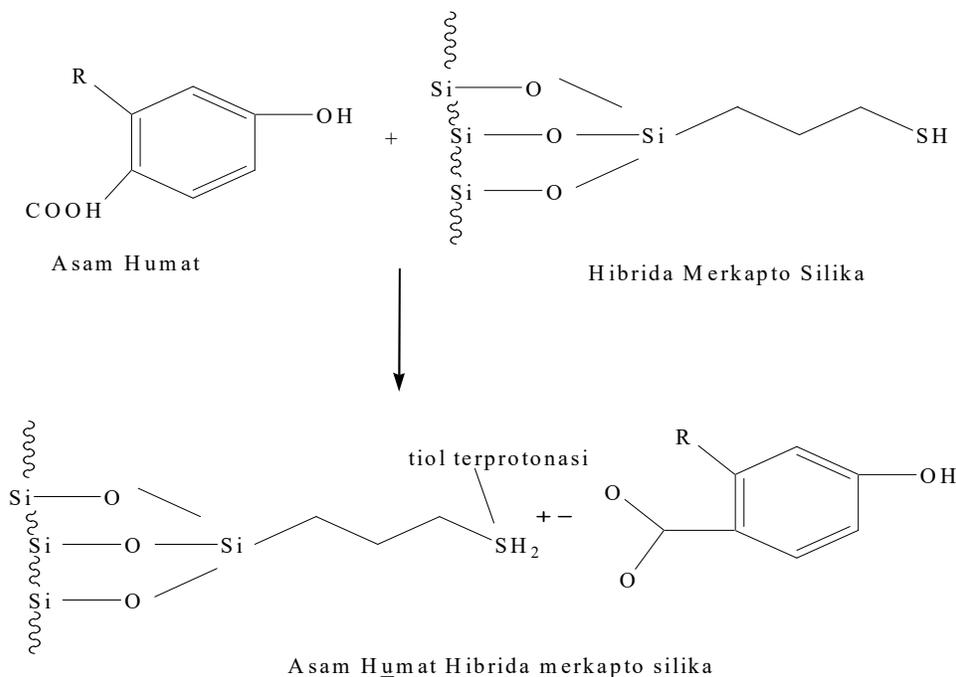
1226,73 cm <sup>-1</sup>		C-OH (COOH)
2351,44 cm <sup>-1</sup>	2351,44 cm <sup>-1</sup>	Vibrasi ulur OH

Sumber : Data primer

Produk HMS	Produk Imobilisasi AH-HMS	Gugus Fungsi
3425,58 cm <sup>-1</sup>	3433,29 cm <sup>-1</sup>	Uluran OH
2924,09 cm <sup>-1</sup>	2931,80 cm <sup>-1</sup>	C-H alifatik
2862,36 cm <sup>-1</sup>		
1408,18 cm <sup>-1</sup>	1408,18 cm <sup>-1</sup>	-CH <sub>2</sub> (metilen)
2569,18 cm <sup>-1</sup>	2569,18 cm <sup>-1</sup>	-SH
462,92 cm <sup>-1</sup>	462,92 cm <sup>-1</sup>	Si-O-Si

Sumber : Data Primer

Reaksi antara asam humat dengan hibrida merkapto silika kemungkinan terjadi seperti pada Gambar 13.



Gambar 13. Reaksi pembentukan AH-HMS

#### 4.4 Kelarutan Produk Imobilisasi dan Tingkat Imobilisasi Asam Humat pada Hibrida Merkaptto Silika

Banyaknya asam humat yang terimobilisasi pada hibrida merkaptto silika ditentukan dengan cara mengukur absorbans filtrat dari hasil reaksi imobilisasi asam humat-hibrida merkaptto silika menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400 nm. Berdasarkan Tabel 3 terlihat bahwa banyaknya asam humat yang terimobilisasi pada hibrida merkaptto silika adalah 68,94%. Hal ini menunjukkan bahwa lebih dari separo asam humat terkontakkan dengan hibrida merkaptto silika. Jika dibandingkan dengan penelitian terdahulu yang telah dilakukan oleh Susanti (2007) yaitu adsorben imobilisasi asam humat-kitosan dengan menggunakan agen pengikatan silang yang bertujuan untuk melindungi situs aktif dari adsorben asam humat dan kitosan, tingkat imobilisasi asam humat-HMS tanpa menggunakan agen pengikat silang terlihat perbedaan yang cukup signifikan yaitu lebih kecil. Hal ini disebabkan adanya interaksi langsung antara gugus karboksilat asam humat dengan gugus tiol pada HMS tanpa adanya perantara agen pengikat silang.

**Tabel 2. Hasil Kelarutan Produk Adsorben AH-HMS**

<b>AH-HMS</b>	<b>Konsentrasi AH Larut (%)</b>	<b>Keterangan</b>
pH 6	0,40	pada pH 6 asam humat yang larut dari adsorben AH-HMS adalah 0.40%
pH 12	0,83	pada pH 12 asam humat yang larut dari adsorben AH-HMS adalah 0,83%

Sumber : Data Primer yang Diolah

**Tabel 3. Tingkat imobilisasi Asam humat pada HMS dalam Adsorben AH-HMS**

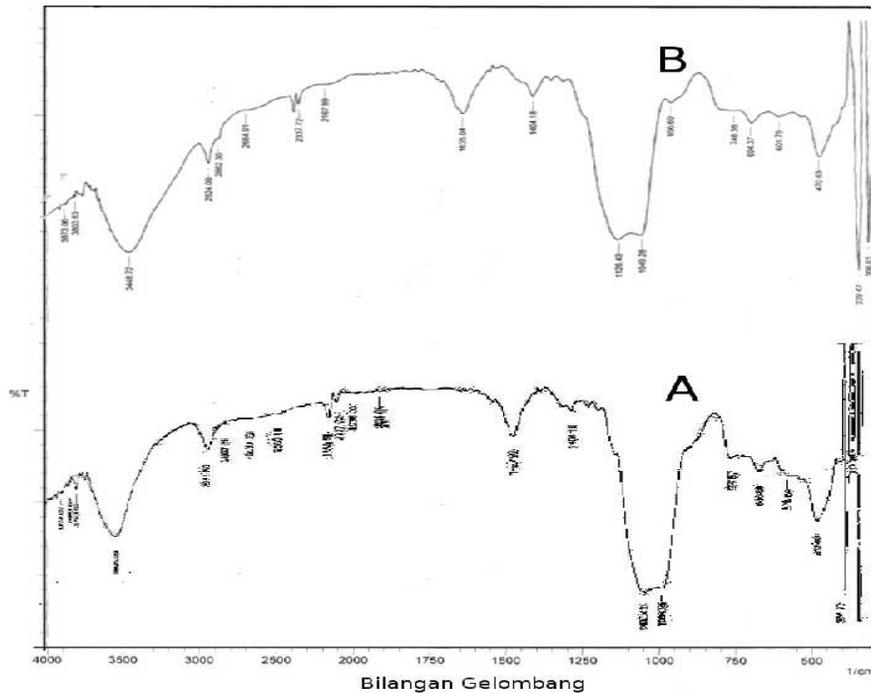
<b>Adsorben</b>	<b>AH terimobilisasi (%)</b>
AH-HMS*	68,94*
AH-Kitosan (Susanti,2007)	99,86

Sumber : Data Primer yang Diolah\*

Untuk menentukan asam humat yang terimobilisasi terikat secara kuat dan cukup stabil maka perlu diuji kelarutannya pada kondisi netral hingga basa. Uji kelarutan asam humat dalam adsorben AH-HMS dilakukan pada pH 6 dan 12. Hasil uji kelarutan produk imobilisasi asam humat pada hibrida merkapto silika ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan data kelarutan asam humat ini, dapat dinyatakan bahwa kelarutan asam humat paling rendah didapatkan pada pH 6, dimana kelarutan asam humat sebesar 0,40 % pada pH 6 dan 0,83 % pada pH 12. Hal ini menunjukkan bahwa metode imobilisasi yang telah dilakukan dapat menurunkan kelarutan asam humat sampai 99,60 % pada pH 6 dan 99,17 % pada pH 12. Jika dibandingkan dengan penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Susanti (2007), kelarutan asam humat dari adsorben ini memiliki perbedaan yang tidak signifikan daripada kelarutan asam humat dari adsorben hasil pengikatan silang asam humat pada kitosan yaitu sebesar 0,141% pada pH 6 dan 0,422% pada pH 12..

### **Karakterisasi Spektrum FTIR Interaksi Adsorben dengan Pb(II)**

Hasil karakterisasi FTIR interaksi adsorben produk imobilisasi asam humat pada hibrida merkapto silika dengan Pb(II) ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 16. FTIR AH-HMS sesudah interaksi dengan Logam Pb(II) (B) dan FTIR AH-HMS sebelum interaksi dengan Logam Pb(II) (A)

Berdasarkan spektrum inframerah pada Gambar 14 (A) dapat diketahui serapan kuat dan lebar pada bilangan gelombang  $3448,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{-OH}$ , serapan ini dapat berasal dari asam humat atau hibrida merkapto silika. Serapan yang ditunjukkan pada bilangan gelombang  $2924,09 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{-CH}$  alifatik dari asam humat atau hibrida merkapto silika. Serapan pada bilangan gelombang  $1635,64 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{-C=C}$  aromatik dari asam humat. Serapan bilangan gelombang  $2337,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dari  $\text{COOH}$ . Serapan bilangan gelombang  $2684,91 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi  $\text{-SH}$ . Serapan bilangan gelombang  $1049,28 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur simetris  $\text{Si-O-Si}$  dari hibrida merkapto silika. Serapan bilangan gelombang  $956,69 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{Si-O}$  dari  $\text{Si-OH}$ .

Stevenson (1994) dalam Susanti (2007) menyatakan bahwa kapasitas kation logam mempunyai korelasi dengan jumlah gugus fungsional asam humat yang mengandung atom oksigen, seperti  $\text{-COOH}$ . Dengan demikian, adanya interaksi asam humat dengan logam dapat ditinjau dari keberadaan serapan gugus fungsional karboksilat yang berikatan dengan logam, yaitu pada bilangan gelombang  $1550\text{-}1610 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1300\text{-}1400 \text{ cm}^{-1}$ . Pada Gambar 14 (A) tidak menunjukkan adanya serapan pada daerah bilangan

gelombang 1550-1610  $\text{cm}^{-1}$  dan 1300-1400  $\text{cm}^{-1}$  yang berarti tidak teridentifikasi adanya interaksi antara gugus  $-\text{COO}^-$  dengan logam Pb(II). Pada serapan daerah bilangan gelombang 2684,91  $\text{cm}^{-1}$  muncul gugus  $-\text{SH}$  yang mengalami pergeseran bilangan gelombang dari daerah bilangan gelombang 2569,18  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini teridentifikasi adanya interaksi antara gugus  $-\text{SH}$  dengan logam Pb(II).

**Tabel 5. Karakterisasi Gugus Fungsional Imobilisasi AH-HMS dengan Logam Pb(II).**

Produk Imobilisasi AH-HMS sebelum dikontakkan	Produk AH-HMS sesudah dikontakkan logam Pb(II)	Gugus Fungsi
3433,29 $\text{cm}^{-1}$	3448,72 $\text{cm}^{-1}$	Uluran OH
2931,80 $\text{cm}^{-1}$	2924,09 $\text{cm}^{-1}$	C-H alifatik
	2862,36 $\text{cm}^{-1}$	
1408,18 $\text{cm}^{-1}$	1408,18 $\text{cm}^{-1}$	$\text{CH}_2$
2569,18 $\text{cm}^{-1}$	2684,91 $\text{cm}^{-1}$	SH
—	956,69 $\text{cm}^{-1}$	Si-O (Si-OH)

Sumber : Data Primer

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Kesimpulan dari penelitian ini adalah sintesis adsorben asam humat termodifikasi hibrida merkapto silika dari abu sekam padi dapat dilakukan dan telah dikarakterisasi yang menunjukkan gugus-gugus fungsional yang berperan yaitu gugus karboksilat –COOH, pada hibrida merkapto silika (HMS) dan AH-HMS yaitu gugus –SH.

#### **5.2. Saran**

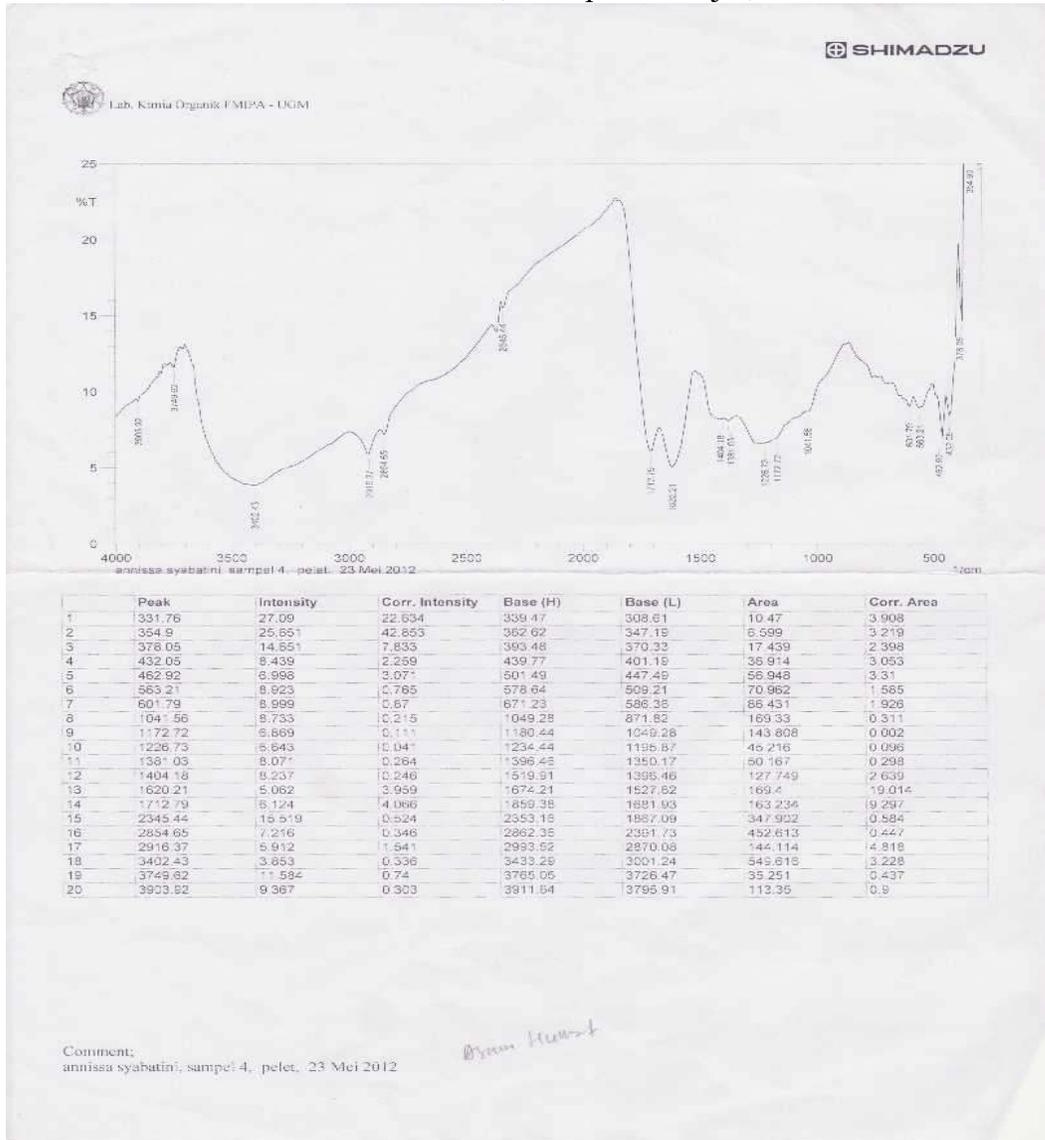
Saran dari penelitian ini adalah perlu kajian aplikasi khususnya dalam penanganan logam berat dan berbahaya yang ada dalam perairan.

## DAFTAR PUSTAKA

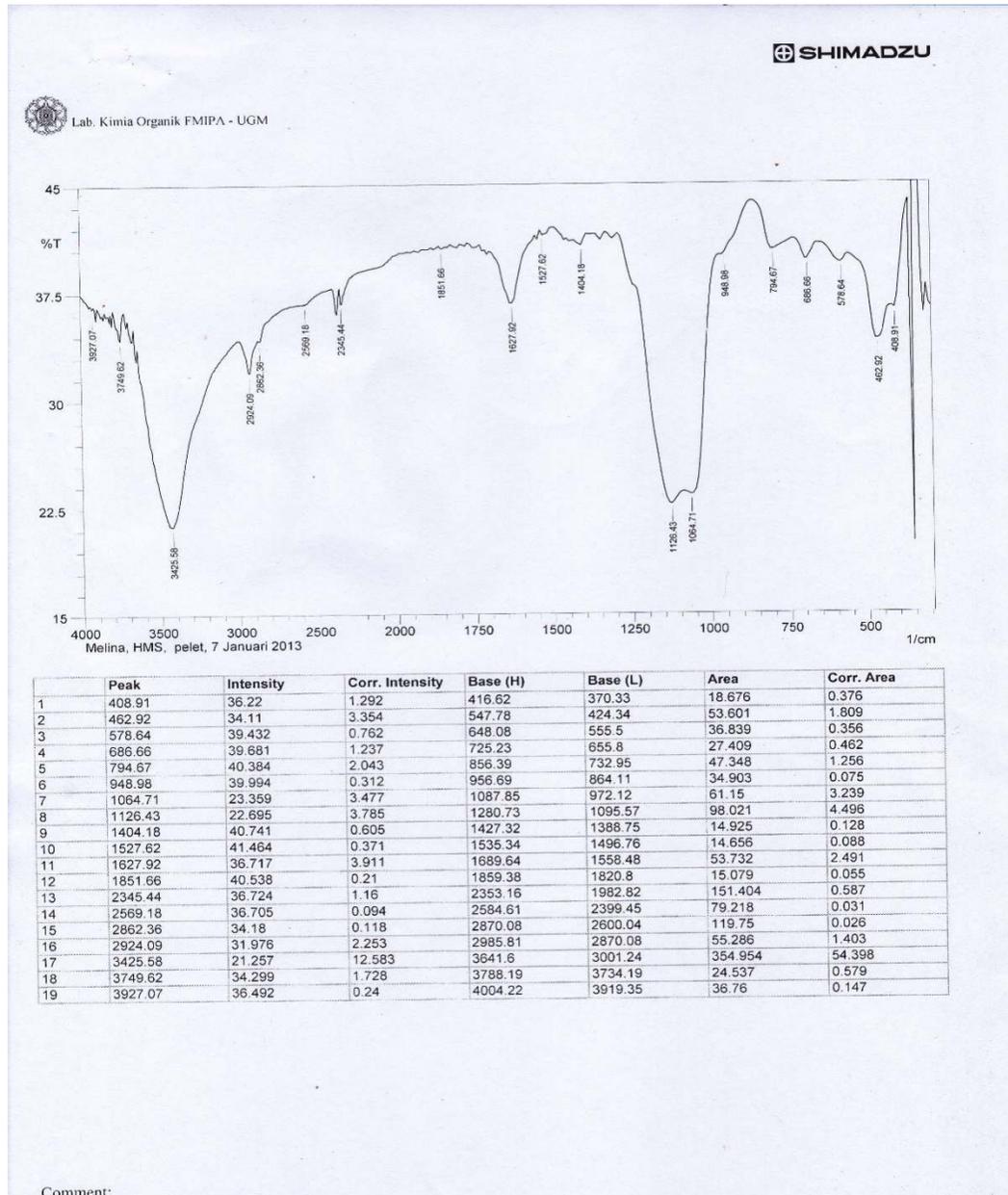
- Aieken, G.R., D.M. Mcknight, R.L. Wershaw, & P. McCarthy. 1985. *An introduction to Humic Substance in Soil, Sediment and Water: Geochemistry, Isolation and Characterization* John Wiley, Newyork.
- Airoldi., C, & A. G. S, Prado., J. A. A. 2002. The Increased Termal Stability Associated With Humic Acid Anchored Onto Silica Gel. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 70 (2002) 191-197.
- A. G. S, Prado., R. D. A, Andrade., E. A, Faria., J, Pertusatti. 2010. Free Humic Acid Anchored Onto Silica Gel : A Thermodynamic Approach. *Gl. Sci. Technol.*, v. 03, n. 03, p.13– 21, set/dez. 2010.
- Bhatia, S, Y. F. Yeong, A. Z. Abdullah, A. L. Ahmad., 2008. Synthesis and characterisation of sulphonic acid 3-mercaptopropyltrimethoxysilane Functionalised silicalite-1 membrane. *Journal of Engineering Science and Technology*, Vol. 3, No. 1 (2008) 87 – 96
- Chadha, P.V.1995. *Timbal. Ilmu Forensik & Toksikologi*. Edisi 5. Widya Medika, Jakarta. Hal: 268-272.
- Enymia, Suhandi, & Sulistarihani, N., 1998, Pembuatan Silika Gel Kering dari Sekam Padi untuk Pengisi Karet Ban, *Jurnal Keramik & Gelas Indonesia*, 7 (1&2)
- Gun, S. 1980. *Farmakologi & Terapi Edisi 2*. Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta. Hal: 27.
- Hamami. 2003. *Teori Dasar Penggunaan, Perawatan & Trouble Shooting AAS*. Pelatihan Teknisi Laboratorium MIPA Wilayah Indonesia Timur. Universitas Airlangga, Surabaya.
- Homan CS & Brogan GX. 1993. *Lead Toxicity*. In : Viccellio P, (Editor). *Handbook of Medical Toxicology*, First edition, Little, Brown and Co. Boston. Hal: 271 - 284.
- Huang, P.M., & Schnitzer, M., 1986, "Interaction of Soils Minerals With Natural Organic and Microbes", *Soil Sci. Soc. Am. Inc.*, New York.
- Augustine, Janat. 2002. "Sorptional behaviour of metals on the sediments and humic acids of mangrove ecosystem". Ph.D.Thesis, Cochin University of Science and Technology, Cochin.
- Khopkar, S. M. 1990. *Basic Concepts of Analytical Chemistry*. Penerjemah Saptohardjo, A. UI-Press, Jakarta.

- Mujiyanti, D.R., 2007. *Adsorpsi Multilogam Ag(I), Pb(II), Cr(III) & Ni(II) pada Hibrida merkapto-silika dari abu sekam padi*. Tesis Program Pascasarjana UGM, Jogjakarta.
- Nuryono, 2004, *Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Peleburan Abu Sekam Padi Cara Basah*, Prosiding Seminar Hasil Penelitian MIPA 2004, Semarang 4 Desember 2004
- Oscik, J., 1982, *Adsorption*, Ellis Horwood Limited, England
- Palar, H. 1994. *Pencemaran & Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta, Bandung. Hal : 74, 84-88
- Sanjay, H.G., A.K. Fataftah, D.S. Walia, & K.C. Srivastava. 1999. Humasorb-Cs<sup>TM</sup>: a Humic Acid-Based Adsorbent to Remove Organik and Inorganik Contaminants. *Understanding Humic Substances: Advanced Methods, Properties and Applications*. The Royal society of Chemistry, Cambridge
- Santosa, J.S., S. Tanaka, D. Siswanta, E.S Kunarti, S. Sudiono, W.H. Rahmanto. 2007. *Indonesian Peat Soil Derived Humic Acid Its Characterization, Immobilization, And Performance As Metal Sorbent*, International Conference On Chemical Sciences (ICCS-2007) Innovation In Chemical Sciences For Better Life, Yogyakarta-Indonesia, 24-26 Mei, 2007.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Liberty. Yogyakarta.
- Silverstain, Robert M. 1998. *Spectrometric Identification of Organic Compound*. State university of New York. College of Environmental Science & Forestry.
- Susanti, M.E. 2007. *Imobilisasi Asam Humat Pada Kitosan Menggunakan Metode Pengikatan-Silang & Aplikasinya Sebagai Adsorben Logam Berat: Pengaruh Penambahan Pb(II) Sebelum Reaksi Pengikatan-Silang terhadap Kemampuan Mengadsorpsi Pb(II), Cd(II) & Cr(III)*. Skripsi FMIPA UNLAM, Banjarbaru. (tidak dipublikasikan). Hal : 32-33
- Schulten, H.R, & M. Schinitzer. 1996. Chemical Model Structures For Soil Organic Matter Soils, *Soil Science Journal*, Vol 162 No.2, p: 119
- Stevenson, F.J., 1994, "Humus Chemistry: Genesis, Composition", Reaction, 2<sup>nd</sup> ed., John Wiley & Sons, New York.
- Sukandarrumidi. 1995. *Batubara & Gambut*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta. Hal: 143

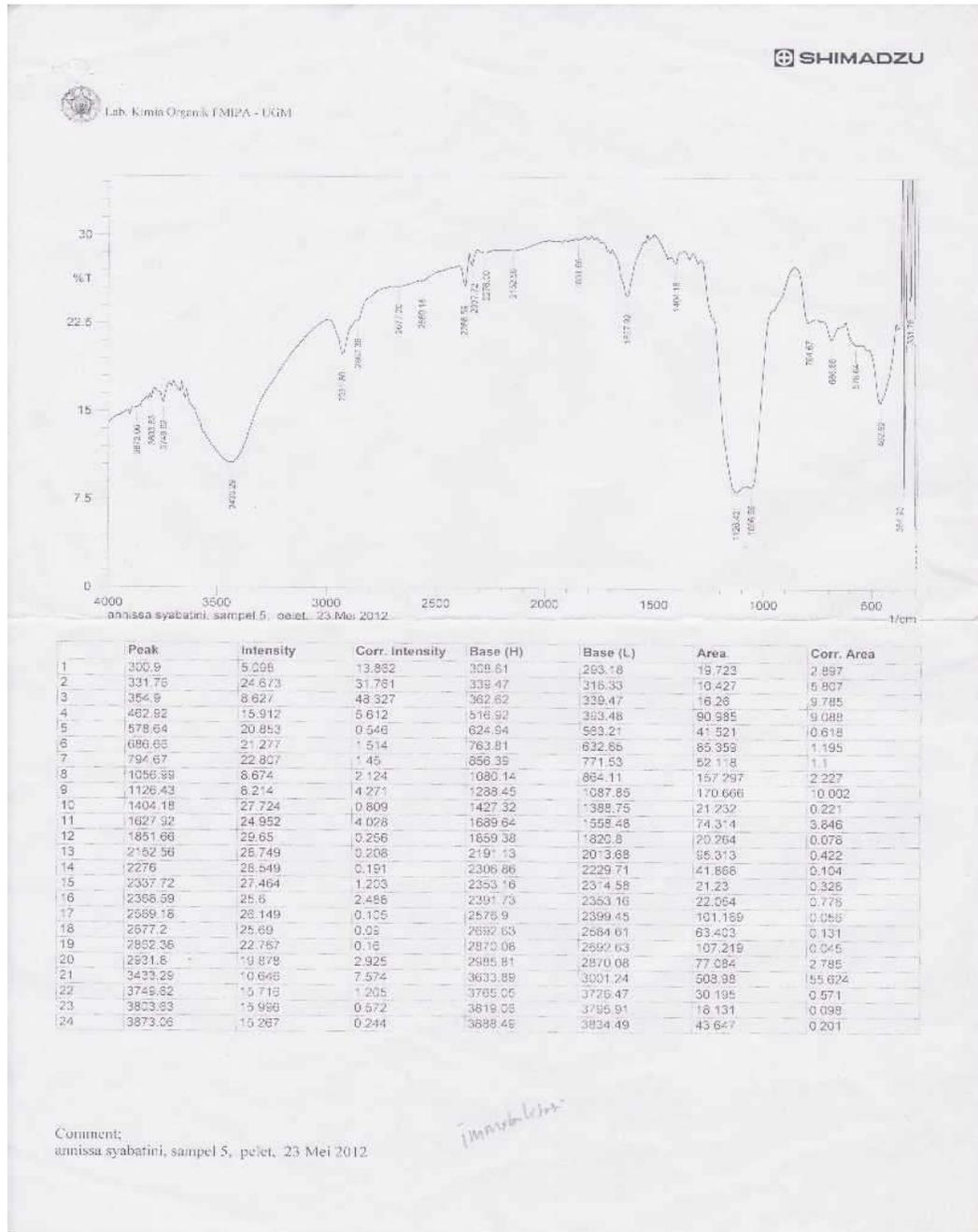
**Lampiran 1.** Spektrum FTIR asam humat hasil isolasi dari tanah gambut yang diambil dari Kecamatan Gambut, Kabupaten Banjar, Kalimantan Selatan



## Lampiran 2. Spektrum FTIR HMS dari abu sekam padi



### Lampiran 3. Spektrum FTIR Hasil Imobilisasi AH-HMS



## Lampiran 4. Spektrum FTIR Interaksi Adsorben AH-HMS dengan Pb(II)

