



**ADSORPSI ZAT WARNA *INDIGO CARMINE* MENGGUNAKAN SILIKA  
GEL BERBASIS *FLY ASH* BATU BARA TERIMPREGNASI ALUMINIUM**

**SKRIPSI**

**Oleh**

**Faizatur Rofi'ah**

**NIM 111810301021**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2016**



**ADSORPSI ZAT WARNA *INDIGO CARMINE* MENGGUNAKAN SILIKA GEL BERBASIS *FLY ASH* BATUBARA TERIMPREGNASI ALUMINIUM**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh :

**Faizatur Rofi'ah  
NIM 111810301021**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2016**

## PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang, yang telah meridhoi setiap tahap dalam menyelesaikan skripsi ini. Saya persembahkan skripsi dengan penuh ketulusan kepada:

1. Ibunda Halimatus Sa'diyah dan Ayahanda Abdul Hadi tercinta;
2. Adik perempuanku Aminatul Munawwaroh;
3. Keluarga besar dari kakek Sahridin dan nenek Suparmi;
4. Keluarga besar dari kakek Munawwar dan nenek Danuri;
5. Guru-guruku di SMAN 1 Situbondo, SMPN 1 Banyuglugur, SDN 3 Besuki dan TK Muslimat;
6. Almamater Jurusan Kimia FMIPA UNEJ.

## MOTTO

"Janganlah kamu bersikap lemah. dan janganlah pula kamu bersedih hati, padahal kamulah orang-orang yang paling tinggi derajatnya, jika kamu orang-orang yang beriman."

(terjemahan Surat Al-Imran ayat 139)<sup>\*</sup>

Orang-orang yang sukses telah belajar membuat diri mereka melakukan hal yang harus dikerjakan ketika hal itu memang harus dikerjakan, entah mereka menyukainya atau tidak.

(Addus Hutley)<sup>\*\*</sup>

Janganlah kamu melampaui batas, karena sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang melampaui batas.

(terjemahan Surat Al-Baqarah ayat 190)<sup>\*</sup>

---

<sup>\*</sup>) Departemen Agama RI. 2009. *Al-Qur'an dan Terjemahnya*. Bandung : PT Sygma Examedia Arkanleema.

<sup>\*\*)</sup> Anonim. 2012.<http://forum.detik.com/kata-kata-mutiara-addus-hutley-t575116.html> [22 September 2016].

## PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Faizatur Rofi'ah

NIM : 111810301001

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Adsorpsi Zat Warna *Indigo Carmine* Menggunakan Silika Gel Berbasis *Fly Ash* Batubara Terimpregnasi Aluminium” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan institusi mana pun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapatkan sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 31 September 2016

Yang menyatakan,

Faizatur Rofi'ah

111810301021

**SKRIPSI**

**ADSORPSI ZAT WARNA *INDIGO CARMINE* MENGGUNAKAN SILIKA GEL BERBASIS *FLY ASH* BATUBARA TERIMPREGNASI ALUMINIUM**

Oleh :

Faizatur Rof'i'ah  
NIM 111810301021

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Zulfikar, Ph.D

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistyo, S.Si., M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul "Adsorpsi Zat Warna *Indigo Carmine* Menggunakan Silika Gel Berbasis *Fly Ash* Batubara Terimpregnasi Aluminium" telah disetujui dan disahkan pada:

Hari, tanggal : SENIN 31 OCT 2016

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas  
Jember

Tim Pengaji

Ketua,

Drs. Zulfikar, Ph.D.  
NIP 196310121987021001

Sekretaris,

Yudi Aris Sulistyo, S.Si., M.Si.  
NIP 198809242014041001

Dosen Pengaji I

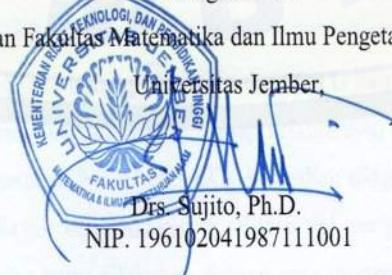
Yeni Maulidah Mufliah, S.Si., M.Si.  
NIP 198008302006042002

Pengaji II

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.  
NIP 198010292005012002

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



## RINGKASAN

**Adsorpsi Zat Warna *Indigo Carmine* Menggunakan Silika Gel Berbasis Fly Ash Batubara Terimpregnasi Aluminium;** Faizatur Rofi'ah, 111810301021; 2016: 55 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Zat warna *indigo carmine* merupakan zat warna biru yang bersifat anionik, memiliki daya adsorpsi yang sangat kuat, serta banyak digunakan dalam industri tekstil jeans dan wool. Zat warna *indigo carmine* sangat larut dalam air sehingga penggunaan yang tidak tepat dapat mengakibatkan biota air menjadi terganggu. Salah satu cara yang dikembangkan untuk menurunkan kadar warna adalah metode adsorpsi. Adsorpsi merupakan metode yang tepat digunakan karena pengerjaannya sederhana, efisiensi tinggi, dan ramah lingkungan.

Silika gel telah dikenal sebagai adsorben yang mempunyai gugus aktif Si-OH dan Si-O-Si sehingga dapat menyerap limbah zat warna. Upaya untuk mendapatkan adsorben yang relatif murah dapat dilakukan dengan cara pemanfaatan limbah abu terbang (*fly ash*) dari batubara, di mana silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang terkandung dalam *fly ash* sebesar 30,25%-36,83%. Namun permasalahan yang terjadi adalah kemampuan adsorpsi silika gel terhadap zat warna anionik. Sehingga perlu memodifikasi muatan permukaan silika gel yang dilakukan dengan menempelkan logam aktif pada permukaan silika gel (impregnasi) agar bersifat lebih elektropositif dan dapat menyerap zat warna anionik.

Sampel *fly ash* (abu terbang) batubara dari PLTU Paiton-Probolinggo dilakukan proses *leaching* menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Tahap selanjutnya, dilakukan ekstraksi silika dari *fly ash* menggunakan NaOH dan HCl, kemudian *diaging*, disaring, dinetralkan, dioven, digerus, diayak dan dikalsinasi. Silika gel yang dihasilkan dimodifikasi muatan permukaannya yang dilakukan dengan cara diimpregnasi dengan aluminium

10% sehingga menghasilkan silika gel terimpregnasi aluminium (SG-Al). Langkah yang dilakukan adalah menambahkan larutan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  ke dalam silika gel, kemudian diaduk, disaring, dioven, diayak dan dikalsinasi. Silika gel dan SG-Al yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR menunjukkan adanya gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) berturut-turut pada bilangan gelombang  $3435,34 \text{ cm}^{-1}$  dan  $462,93 \text{ cm}^{-1}$ , serta tidak munculnya spektra FTIR pada bilangan gelombang  $960 \text{ cm}^{-1}$  karena adanya aluminium yang diimpregnasi. Karakterisasi dengan SEM-EDX menunjukkan morfologi silika gel dan SG-Al yang tidak seragam dengan ukuran  $0,13\text{--}0,15 \mu\text{m}$  serta unsur yang terkandung pada silika gel adalah Si, O, Al dan Na sedangkan pada SG-Al adalah Si, O dan Al.

Produk silika gel dan SG-Al dilakukan uji adsorpsi terhadap indigo carmine dengan variasi pH sistem (1, 2, 3, 5, 7, 9 dan 11) serta variasi konsentrasi (25 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm dan 500 ppm). Silika gel dan SG-Al yang dihasilkan memiliki kemampuan adsorpsi mengikuti model Langmuir dengan nilai kapasitas adsorpsi sebesar 25,907 mg/g dan 41,841 mg/g, kemampuan adsorpsi SG-Al 61,51% lebih baik dibandingkan silika gel tanpa modifikasi.

## **PRAKATA**

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala hidayah dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul *Adsorpsi Zat Warna Indigo Carmine Menggunakan Silika Gel Berbasis Fly Ash Batubara Terimpregnasi Aluminium*. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia dan Bapak Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember;
3. Bapak Drs. Zulfikar, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Utama dan Bapak Yudi Aris Sulistyo, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, perhatian dan dana dalam penyelesaian skripsi ini;
4. Ibu Yeni Maulidah Mufliahah, S.Si., M.Si selaku Dosen Pengaji I dan Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si selaku Dosen Pengaji II yang telah memberikan kritik dan saran dalam penyempurnaan skripsi ini;
5. dosen-dosen Universitas Jember umumnya dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah memberikan bimbingan dan ilmu;
6. Ibunda Halimatus Sa'diyah dan ayahanda Abdul Hadi tercinta, terima kasih telah menjadi orang tua dan sahabat yang sempurna yang selalu memberikan do'a, kasih sayang, dukungan moril maupun materil, pengorbanan, perjuangan yang tiada hentinya;
7. sahabatku Agus Prayudi, S.Pd yang selalu memberikan dukungan dan motivasi dalam menyelesaikan kuliah dan skripsi ini;

8. partner penelitiaku Nida Andriana, Siti Aisah dan Eka Yustiana yang telah memberikan semangat, masukan serta kritik dan sarannya;
9. sahabatku Anis Najmatul Kholisoh yang selalu cerewet dan sabar, terimakasih untuk segala sesuatu yang membantuku selama ini;
10. sahabatku mbak via, mbak alifin, Dewanti O.K., Jamiyatul F., Titissari I., dan anak kost jawa 2 no.10, terima kasih atas bantuan, perhatian , dukungan dan selalu berbagi cerita suka dan duka selama ini;
11. sahabat seperjuangan di laboratorium Karina Aprillia, Siti Aisah, Aulia Novita R., Nehemia Fernandes K., Linda K., dan Mbak Siti yang membuat suasana laboratorium menjadi berwarna;
12. Teman-teman angkatan 2011 (SOLVENT) dan CB (Ainun, Rose, Eka, Nida, Aisah, Novi, Karina, Ika), terima kasih atas semangat, bantuan, saran, perhatian, dan kenangan yang telah diberikan;
13. teknisi laboratorium, Mas Darma, Mas Dul, Mbak Lisa, Mbak Sari, Mas Maryono serta admin Jurusan Kimia (Mas Edi) yang telah banyak membantu
14. seluruh pihak yang turut membantu, memotivasi, mendukung dan menjadi bagian perjalananku yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 31 September 2016  
Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>I</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN MOTTO .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>RINGKASAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>PRAKATA .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xvi</b>
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b>	
<b>1.1 Latar Belakang .....</b>	<b>1</b>
<b>1.2 Rumusan Masalah .....</b>	<b>3</b>
<b>1.3 Tujuan .....</b>	<b>3</b>
<b>1.4 Batasan Masalah .....</b>	<b>4</b>
<b>1.5 Manfaat Penelitian .....</b>	<b>4</b>
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
<b>2.1 Abu terbang (<i>Fly Ash</i>) Batubara .....</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Sifat Abu Terbang (<i>Fly Ash</i>) .....</b>	<b>5</b>
<b>2.3 Silikon Dioksida (<math>SiO_2</math>) .....</b>	<b>6</b>
<b>2.4 Sifat Silikon Dioksida (<math>SiO_2</math>) .....</b>	<b>8</b>
<b>2.5 Aluminium .....</b>	<b>9</b>
<b>2.6 Metode <i>Sol-Gel</i> .....</b>	<b>10</b>
<b>2.7 Adsorpsi .....</b>	<b>12</b>

<b>2.8 Impregnasi .....</b>	16
<b>2.9 <i>Indigo Carmine</i> .....</b>	17
<b>2.10 Spetroskopi UV-Vis .....</b>	18
<b>2.11 Spektrofotometer Infra Merah Transformasi Fourier (FTIR).</b>	20
<b>2.12 Difraksi Sinar-X .....</b>	21
<b>2.13 Scanning Electron Microscopy (SEM) .....</b>	23
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
<b>3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....</b>	25
<b>3.2 Alat dan Bahan .....</b>	25
<b>3.3 Diagram Alir Penelitian .....</b>	26
<b>3.4 Prosedur Penelitian</b>	27
3.4.1 Pembuatan Larutan Pereaksi .....	27
3.4.2 Preparasi Sampel .....	28
3.4.3 Pembuatan Silika Gel (SG) .....	28
3.4.4 Pembuatan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium (SG-Al) .....	29
3.4.5 Perhitungan Rendemen .....	29
3.4.6 Karakterisasi Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium.....	29
3.4.7 Uji Adsorpsi Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium terhadap Zat Warna <i>Indigo Carmine</i> .....	30
<b>3.5 Analisis Data .....</b>	33
3.5.1 Efisiensi Adsorpsi .....	33
3.5.2 Penentuan Model Adsorpsi pada Proses Adsorpsi <i>Indigo Carmine</i> .....	33

## BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

<b>4.1 Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel (SG) dan Silika Terimpregnasi Aluminium (SG-Al) dari Fly Ash Batubara .....</b>	35
4.1.1 Analisis FTIR .....	37
4.1.2 Analisis XRD .....	39
4.1.3 Analisis SEM-EDX .....	40
<b>4.2 Uji Adsorpsi Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium terhadap Zat Warna Indigo Carmine .....</b>	43
4.2.1 Panjang Gelombang Maksimum <i>Indigo Carmine</i> .....	43
4.2.2 Kurva Kalibrasi <i>Indigo Carmine</i> .....	44
4.2.3 Adsorpsi Zat Warna <i>Indigo Carmine</i> dengan Variasi pH Sistem .....	45
4.2.4 Adsorpsi Zat Warna <i>Indigo Carmine</i> dengan Variasi Konsentrasi Larutan .....	47

## BAB 5. PENUTUP

<b>5.1 Kesimpulan .....</b>	50
<b>5.2 Saran .....</b>	50
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	51
<b>LAMPIRAN .....</b>	56

## DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia Abu Terbang PLTU Paiton-Probolinggo .....	6
2.2 Warna-warna pada Spektrum Sinar Tampak dan Warna Komplementernya .....	19
4.1 Hasil Analisis FTIR pada SG dan SG-Al .....	38
4.2 Hasil Analisis EDX pada SG san SG-Al .....	41
4.3 Parameter Langmuir dan Freundlich pada Adsorpsi <i>Indigo Carmine</i> .....	49

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Susunan Tetrahedral SiO <sub>4</sub> pada Silika Gel .....	7
2.2 Spesi Aluminium dalam Variasi pH larutan .....	10
2.3 Tahapan Preparasi Material menggunakan Metode <i>Sol-Gel</i> .....	11
2.4 Kurva Isoterm Adsorpsi Langmuir .....	15
2.5 Kurva Isoterm Adsorpsi Freundlich .....	16
2.6 Tahapan Skematis Penyiapan <i>Supported Catalyst</i> dengan Cara Impregnasi .....	17
2.7 Struktur Kimia Zat Warna <i>Indigo Carmine</i> .....	18
2.8 Spektra Infra Merah Silika Gel Hasil Sintesis dan Kiesel Gel 60G .....	21
2.9 Ilustrasi Hukum Bragg .....	22
2.10 Hasil Foto SEM Silika Gel pada Variasi Waktu Pemanasan 2 Jam, 4 Jam dan 6 Jam .....	24
4.1 Silika (SiO <sub>2</sub> ) Hasil Sintesis .....	36
4.2 Spektra FTIR (a) SG dan (b) SG-Al .....	37
4.3 Difatogram Sinar-X (a) SG dan (b) SG-Al .....	40
4.4 Hasil SEM dari (a) SG dengan Perbesaran 80.000x dan (b) SG-Al dengan Perbesaran 75.000x .....	41
4.5 Kurva Hubungan antara Panjang Gelombang dan Absorbansi dari Larutan <i>Indigo Carmine</i> .....	43
4.6 Kurva Kalibrasi Larutan <i>Indigo Carmine</i> .....	44
4.7 Kurva Hubungan antara Variasi pH Sistem terhadap Adsorpsi Zat Warna <i>Indigo Carmine</i> .....	45
4.8 Kurva Kapasitas Adsorpsi Zat Warna pada Adsorben .....	47
4.9 Model Adsorpsi Langmuir dan Freundlich pada Adsorben SG .....	48
4.10 Model Adsorpsi Langmuir dan Freundlich pada Adsorben SG-Al .....	48

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>Lampiran 1.</b> Perhitungan .....	56
<b>Lampiran 2.</b> Gambar Proses Adsorpsi <i>Indigo Carmine</i> pada Adsorben SG dan SG-Al .....	79
<b>Lampiran 3.</b> Hasil Analisis FTIR SG dan SG-Al .....	81
<b>Lampiran 4.</b> Hasil XRD SG dan SG-Al .....	82
<b>Lampiran 5.</b> Hasil Analisis SEM-EDX SG dan SG-Al .....	83

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zat warna merupakan salah satu jenis polutan yang dihasilkan dari limbah industri seperti tekstil, kertas dan plastik (Cui *et al.*, 2008). Limbah zat warna yang dihasilkan sebanyak lebih dari 50% adalah zat warna anionik (Manurung, 2004). Contoh jenis zat warna anionik adalah *Indigo Carmine*. *Indigo Carmine* merupakan zat warna biru yang paling banyak digunakan pada pewarnaan *jeans* dan *wool* (Kuwatno *et al.*, 2007). Zat warna anionik larut dalam air dan sangat stabil dengan adanya ikatan rangkap nitrogen-nitrogen (-N=N-) (Manurung, 2004), sehingga zat warna *indigo carmine* sulit dihilangkan dari lingkungan perairan yang dapat mengakibatkan biota air menjadi terganggu (Kuwatno *et al.*, 2007).

Metode penanganan limbah zat warna yang telah dilakukan yaitu koagulasi, elektrodekolorisasi, dan degradasi biologis (Peng *et al.*, 2014). Metode-metode tersebut membutuhkan biaya yang relatif tinggi dalam pengoperasiannya (Widhianti, 2010). Metode elektrodekolorisasi kurang efektif karena larutan hasil elektrolisis harus diberi perlakuan lebih lanjut agar tidak mencemari lingkungan. Metode koagulasi harus melalui beberapa proses tahapan dan membutuhkan biaya yang mahal. Metode degradasi secara biologis dengan bakteri yaitu dapat menghasilkan amina aromatik yang bersifat lebih beracun dibandingkan dengan zat warna itu sendiri (Zee, 2002).

Metode yang dikembangkan dalam menangani permasalahan limbah zat warna adalah adsorpsi. Adsorpsi merupakan metode pemisahan yang tepat digunakan karena metode pengeraannya sederhana, efisiensi tinggi, efektif dan ramah lingkungan (Arami *et al.*, 2005). Metode adsorpsi membutuhkan adsorben yang sesuai untuk menyerap limbah zat warna *indigo carmine*. Silika gel merupakan adsorben yang paling efektif digunakan dalam proses adsorpsi. Gugus silanol dan siloksan pada

permukaan mengakibatkan permukaan silika menjadi lebih reaktif, sehingga silika mampu menyerap zat organik maupun anorganik (Selvaggi *et al.*, 2015) dan diharapkan dapat menjadi material yang mampu mengadsorpsi zat warna dengan baik.

Upaya untuk mendapatkan adsorben yang relatif murah dapat dilakukan dengan cara pemanfaatan limbah, salah satu limbah yang dapat dimanfaatkan adalah abu terbang (*fly ash*) dari batubara. Komponen utama dari *fly ash* batubara yang berasal dari pembangkit listrik adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ) 30,25% – 36,83%, alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 14,52% – 23,78%, dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 13,46% – 19,94%, sisanya adalah karbon, kalsium, magnesium, dan belerang (PJB Paiton, 2002). Tingginya kandungan silika dalam *fly ash* tersebut maka abu terbang batubara dapat digunakan untuk pembuatan silika gel yang berfungsi sebagai adsorben zat warna anionik.

Pembuatan silika gel dari abu terbang batubara pada penelitian ini menggunakan metode sol-gel. Keunggulan dari metode sol-gel adalah proses berlangsung pada suhu rendah, menghasilkan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi, biaya relatif murah dan menghasilkan produk berupa *xerogel* silika yang tidak beracun (Zawrah *et al.*, 2009). Berdasarkan kajian di atas, banyak manfaat yang dapat diambil dari unsur silika serta besarnya kandungan silika dalam *fly ash* batubara menyebabkan *fly ash* batubara berpotensi sebagai bahan baku dalam pembuatan silika gel.

Permasalahan yang dihadapi pada silika gel adalah kemampuan adsorpsi terhadap limbah zat warna anionik. Muatan permukaan silika gel yang elektronegatif kurang sesuai dengan polutan anionik, sehingga perlu diupayakan untuk memodifikasi muatan permukaan silika gel agar bersifat elektropositif dan diharapkan dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap zat warna *Indigo Carmine*. Modifikasi permukaan silika gel dapat dilakukan dengan cara impregnasi yaitu menempelkan logam aktif pada permukaan padatan yang dalam hal ini digunakan logam aluminium agar permukaan silika gel lebih elektropositif (Shin *et al.*, 2004).

Shin *et al.*, (2004) telah berhasil melakukan impregnasi aluminium pada material mesopori silika yaitu SBA 15 (*Santa Barbara Amorphous-15*) untuk adsorpsi fosfat yang mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir dan menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar 862 dan 619  $\mu\text{mol/g}$ . Impregnasi logam Al, Fe dan Zn pada material mesopori silika yaitu SBA 15 (*Santa Barbara Amorphous-15*) untuk adsorpsi arsenik, menghasilkan kapasitas adsorpsi paling besar dengan impregnasi menggunakan logam Al dibandingkan impregnasi menggunakan logam Fe dan Zn yaitu sebesar 0,283 mmol/g, 0,169 mmol/g dan 0,018 mmol/g berturut-turut (Jang *et al.*, 2002).

Maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis silika gel terimpregnasi aluminium yang diaplikasikan sebagai adsorben zat warna *indigo carmine*. Kapasitas adsorpsi zat warna *Indigo Carmine* oleh silika gel terimpregnasi aluminium akan dilakukan pada variasi konsentrasi dan pH adsorbat.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut rumusan masalah yang diambil adalah:

1. Bagaimana karakteristik silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium yang dihasilkan dengan menggunakan metode sol-gel?
2. Bagaimana pengaruh pH dan konsentrasi pada kapasitas adsorpsi silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium terhadap zat warna *indigo carmine*?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

1. Mengetahui karakteristik silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium yang dihasilkan dengan menggunakan metode sol-gel.
2. Mengetahui pengaruh pH dan konsentrasi pada kapasitas adsorpsi silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium terhadap zat warna *indigo carmine*.

#### **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. *Fly Ash* yang digunakan berasal dari PLTU Paiton Probolinggo.
2. Waktu kontak adsorpsi yang digunakan yaitu 60 menit.
3. Suhu yang digunakan yaitu suhu ruang ( $28^{\circ}\text{C} \pm 1$ ).

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai:

1. Memberikan informasi tentang pemanfaatan *fly ash* batubara sebagai bahan dasar pembuatan silika gel serta aplikasinya sebagai adsorben zat warna *indigo carmine*.
2. Meminimalisir masalah lingkungan yang terjadi di masyarakat karena masalah pembuangan limbah yang mengandung zat warna *indigo carmine* yang berbahaya

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Abu Terbang Batu bara (*Fly Ash*)

Abu terbang (*Fly Ash*) merupakan material yang berasal dari sisa pembakaran batu bara yang banyak digunakan di PLTU (Nugraha *et al.*, 2007). Sisa hasil pembakaran batu bara menghasilkan abu yang disebut dengan *Fly Ash* dan Bottom Ash dengan prosentase berturut-turut (80-90 %) dan (10-20 %) (PJB Paiton, 2002). *Fly Ash* adalah abu yang terbawa oleh aliran gas pembakaran dan dikumpulkan di *economizer air heater* dan penampung atau *precipitator hopper* (Hosenainy, 2011). Mutu dari *Fly Ash* tergantung dari kesempurnaan dalam proses pembakarannya.

Karakteristik *fly ash* antara lain memiliki warna yang bervariasi dari abu-abu sampai hitam tergantung dari jumlah kandungan karbonnya dan juga bersifat tahan air. Ukuran partikel-partikel abu terbang yang terkumpul pada presipitator yaitu sekitar 0,074 – 0,005 mm (Acosta, 2009). Bahan ini terutama terdiri dari silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ), aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

### 2.2 Sifat Abu Terbang (*Fly Ash*)

#### 2.2.1 Sifat fisik abu terbang

Abu terbang merupakan material sisa dari proses pembakaran batubara sehingga sifat fisik dan kimianya ditentukan proses pembakaran dan komposisi serta sifat mineral pengotor batubara. Abu terbang memiliki tekstur butiran halus, berbentuk bola padat atau berongga dan berwarna abu-abu dan hitam. Ukuran partikel abu terbang hasil pembakaran batubara bituminous lebih kecil dari 0,075 mm. Kerapatan abu terbang berkisar antara 2100 sampai 3000 kg/m<sup>3</sup> dan luas area spesifiknya (diukur berdasarkan metode permeabilitas udara *Blaine*) antara 170 sampai 1000 m<sup>2</sup>/kg, sedangkan ukuran partikel rata-rata abu terbang batubara jenis

sub bituminous 0,01 mm – 0,015 mm, luas permukaannya 1-2 m<sup>2</sup>/g, massa jenis 2,2 – 2,4 g/cm<sup>3</sup>, dan bentuk partikel *mostly spherical*, yaitu sebagian besar berbentuk seperti bola (Nugroho dan Antoni, 2007).

### 2.2.2 Sifat kimia abu terbang

Sifat kimia abu terbang batu bara dipengaruhi oleh jenis batu bara yang dibakar, teknik penyimpanan serta penanganannya. Komponen utama dari abu terbang batubara adalah silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ), aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), sisanya adalah karbon, kalsium, magnesium, dan belerang (Acosta, 2009).

Berikut tabel komposisi kimia abu terbang dari PLTU Paiton:

Tabel 2.1 Komposisi kimia abu terbang PLTU Paiton-Probolinggo

No	Komposisi Kimia	Kandungan (%W)
1.	$\text{SiO}_2$	30,25 – 36,83
2.	$\text{Al}_2\text{O}_3$	14,52 – 23,78
3.	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	13,46 – 19,94
4.	$\text{CaO}$	11,40 – 16,57
5.	$\text{MgO}$	5,360 – 8,110
6.	$\text{Mn}_3\text{O}_4$	0,140 – 0,480
7.	$\text{Na}_2\text{O}$	0,250 – 0,740
8.	$\text{K}_2\text{O}$	0,630 – 1,320
9.	$\text{TiO}_2$	0,830 – 1,050
10.	$\text{SO}_3$	3,010 – 7,280
11.	$\text{P}_2\text{O}_5$	0,630 – 3,750

Sumber: PJB Paiton (2002)

### 2.3 Silikon Dioksida ( $\text{SiO}_2$ )

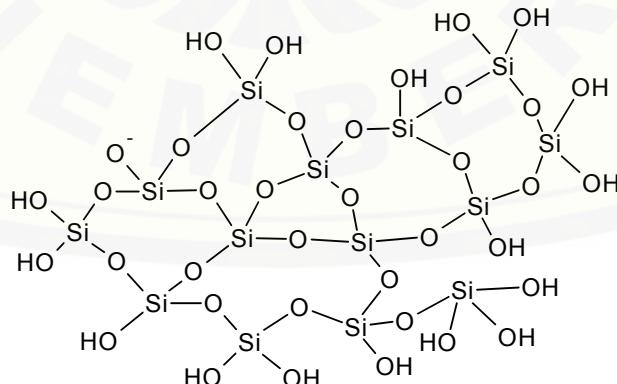
Silikon dioksida atau silika merupakan senyawa kimia yang memiliki rumus molekul  $\text{SiO}_2$  dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis silika kristal. Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Bentuk

kristobalit, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan dengan atom-atom oksigen berada di tengah dari setiap pasangan. Bentuk kuarsa terdapat heliks sehingga terbentuk kristal enansiomorf. Kuarsa dan kristobalit dapat saling dipertukarkan apabila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifannya tinggi. Silika relatif tidak reaktif terhadap  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{H}_2$ , asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25 °C atau pada suhu yang lebih tinggi. Tetapi silika reaktif terhadap  $\text{F}_2$ , hidroksida alkali dan lelehan karbonat. Silika dengan struktur kristal tridimit dapat diperoleh dengan cara memanaskan pasir kuarsa pada suhu 870 °C dan bila pemanasan dilakukan pada suhu 1.470°C dapat diperoleh silika dengan struktur kristobalit (Cotton, 1998).

Bentuk-bentuk silika merupakan beberapa struktur kristal yang penting bukan saja karena silika merupakan zat yang melimpah dan berguna, tetapi karena strukturnya ( $\text{SiO}_4$ ) adalah unit yang mendasar dalam kebanyakan mineral. Kristal silika memiliki dua ciri utama yaitu:

1. Setiap atom silikon berada pada pusat suatu tetrahedron yang terdiri dari empat atom oksigen.
2. Setiap atom oksigen berada ditengah-ditengah antara dua atom silikon (Keenan dkk., 1992).

Susunan tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada Silika Gel tidak beraturan seperti struktur berikut.



Gambar 2.1 Susunan Tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada *Silika Gel* (Oscik, 1982).

Keunggulan silika adalah bersifat inert dan hidrofobik. Faktor-faktor yang mempengaruhi kualitas dari *silika gel*, yaitu: struktur internal, ukuran partikel, porositas, luas permukaan dan polaritasnya. Sifat sebagai penyerap yang disebut juga sifat adsorptif terjadi karena terdapat situs aktif pada permukaan. Salah satu kegunaan silika gel adalah sebagai agen pengadsorpsi uap air pada penyimpanan bahan-bahan yang bersifat higroskopis (mudah menyerap uap air).

Permukaan silika gel terdapat dua jenis gugus, yaitu gugus silanol dan gugus siloksan. Gugus siloksan terdapat dua macam, yaitu Si-O-Si rantai lurus dan gugus siloksan yang membentuk struktur lingkar dengan empat anggota. Jenis yang pertama tidak reaktif dengan pereaksi pada umumnya, tapi sangat reaktif terhadap senyawa logam alkali. Jenis gugus siloksan membentuk lingkar dengan empat anggota mempunyai reaktivitas yang tinggi, dapat mengadakan kemisorpsi dengan air, amoniak dan metanol. Reaksi dengan air akan menghasilkan dua gugus Si-OH, reaksi dengan amoniak akan menghasilkan gugus Si-NH<sub>2</sub> dan silanol, sedangkan reaksi dengan metanol akan menghasilkan gugus silanol dan Si-O-CH<sub>3</sub>. Terdapat beberapa jenis gugus silanol, yaitu gugus silanol tunggal terisolasi, gugus silanol yang berdekatan satu sama lain dan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si (Melero, 2000).

## 2.4 Sifat Silikon Dioksida (SiO<sub>2</sub>)

### 2.4.1 Sifat fisik silika

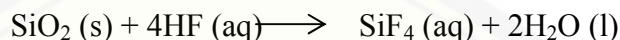
Nama IUPAC	:	Silikon dioksida
Rumus molekul	:	SiO <sub>2</sub>
Massa molar	:	60,08 g mol <sup>-1</sup>
Bentuk	:	Kristal Transparan
Titik Lebur	:	1600-1725 °C
Titik didih	:	2230 °C
Koordinasi Geometri	:	Tetrahedral
Kelarutan	:	20 – 150 ppm SiO <sub>2</sub> (1,2 – 2,2 mmol/kg) pada 25°C

(Nur'aini, 2012).

#### 2.4.2 Sifat kimia silika

##### a. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan asam fospat



Dalam asam berlebih



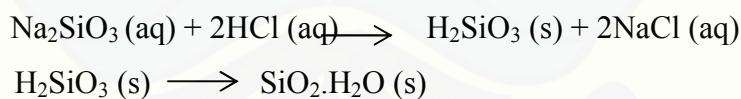
(Vogel, 1985: 376).

##### b. Reaksi Basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali.



Bentuk komersial dari silika, dapat dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini akan menghasilkan suatu dispersi bersifat pekat yang dapat memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat yang kemudian dikeringkan pada suhu 110°C supaya terbentuk *Silika Gel*. Reaksi yang terjadi adalah:



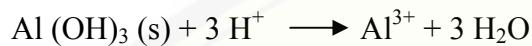
(Bakri *et al.*, 2008).

## 2.5 Aluminium

Aluminium merupakan logam berwana putih, sifatnya keras dan kuat. Meskipun sangat elektropositif, namun juga tahan terhadap korosi karena lapisan oksida yang kuat dan liat terbentuk pada permukaannya (Greenwood, 1984). Bila pengaruh perlindungan lapisan oksida dirusakkan, misalnya dengan penggoresan atau dengan amalgamasi, penyerangan cepat meskipun oleh air sekalipun dapat terjadi. Lapisan

oksida mempunyai pori yang bila dalam keadaan basah dapat memerangkap zat warna (Cotton, 1989).

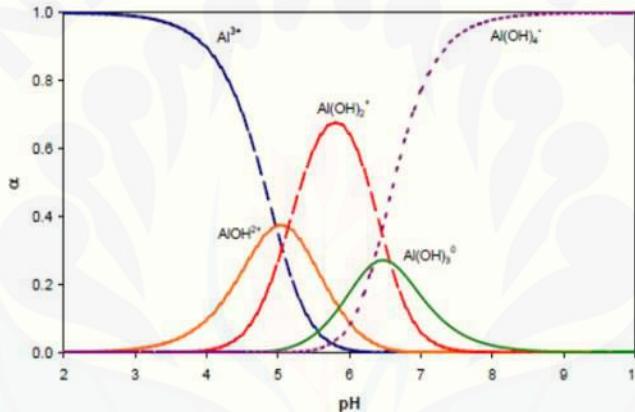
Aluminium hidroksida merupakan senyawa amfoter, yaitu mampu melangsungkan reaksi netralisasi baik dengan asam maupun basa. Reaksi netralisasi aluminium hidroksida dengan asam:



Reaksi netralisasi aluminium hidroksida dengan basa:



(Svehla, 1979).



Gambar 2.2 spesi aluminium dalam variasi pH larutan

## 2.6 Metode *Sol-Gel*

Metode *sol-gel* merupakan salah satu metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika. Kelebihan dari metode ini adalah proses berlangsung pada suhu rendah, prosesnya lebih mudah, menghasilkan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi, biayanya relatif murah dan menghasilkan produk berupa *xerogel* silika yang tidak beracun (Zawrah *et al.*, 2009). Pada proses ini, larutan mengalami perubahan fase dari suspensi koloid (*sol*) membentuk fase cair kontinyu (*gel*). Partikel yang diperoleh berdiameter berkisar antara 1-100 nm. Proses sol-gel berlangsung melalui langkah-langkah sebagai berikut:

a. Hidrolisis

Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) pada logam logam prekursor yang dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral, atau basa menghasilkan sol koloid.

Faktor yang sangat mempengaruhi adalah rasio air/ prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat, sehingga waktu gelasi lebih cepat. Reaksi akan selesai saat semua gugus ( $O-CH_2CH_3$ ) digantikan dengan gugus (-OH). Reaksi hidrolisis menghasilkan sol yang terdiri dari  $Si(OH)_4$  dan  $CH_3CH_2OH$ .

b. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel dengan terbentuknya fasa *anatase* tapi masih dalam keadaan amorf.

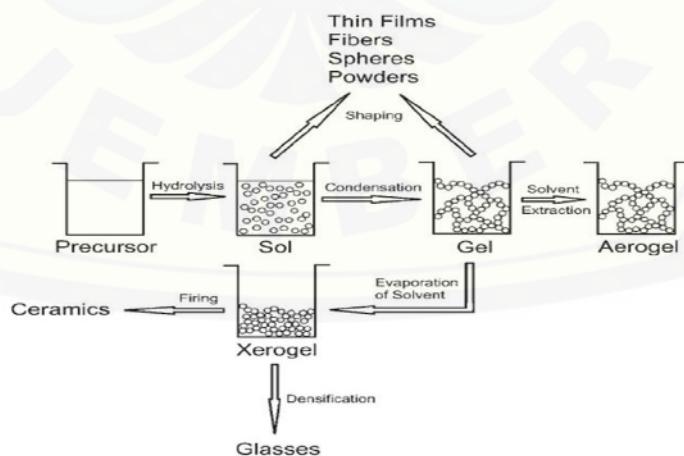
c. Aging (Pematangan)

Proses aging dilakukan dengan cara mendiamkan gel di dalam larutan untuk mengubah sifat gel agar lebih kaku, kuat dan menyusut.

d. Kalsinasi

Proses ini merupakan penguapan larutan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang lebih rapat.

(Alfaruqi, 2008).



Gambar 2.3 Tahapan preparasi material menggunakan metode *Sol-Gel* (Guo *et al.*, 2009).

## 2.7 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul atau suatu akibat dari medan gaya pada permukaan padatan (adsorben) yang menarik molekul-molekul gas, uap atau cairan (Oscik, 1982). Sedangkan Alberty dan Daniel (1987) mendefinisikan adsorpsi sebagai fenomena yang terjadi pada permukaan. Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa. Adsorpsi menyangkut akumulasi atau pemasukan substansi adsorbat pada adsorben dan dalam hal ini dapat terjadi pada antara muka dua fasa. Fasa yang menyerap disebut adsorben dan fasa yang terserap disebut adsorbat. Kebanyakan adsorben adalah bahan-bahan yang memiliki pori karena berlangsung terutama pada dinding-dinding pori atau letak-letak tertentu di dalam adsorben.

Gaya tarik-menarik dari suatu padatan dibedakan menjadi dua jenis gaya yaitu fisika dan kimia yang masing-masing menghasilkan adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika adalah proses interaksi antara adsorben dengan adsorbat yang melibatkan gaya-gaya antar molekul seperti gaya van der waals, sedangkan adsorpsi kimia terjadi jika interaksi adsorben dan adsorbat melibatkan pembentukan ikatan kimia. Dalam proses adsorpsi melibatkan berbagai macam gaya yakni gaya van der waals, gaya elektrostatik, ikatan hidrogen serta ikatan kovalen (Martell dan Hancock, 1996). Pada adsorpsi kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan. Ikatan antara adsorben dengan adsorbat cukup kuat sehingga tidak terjadi spesiasi, karena zat yang teradsorpsi menyatu dengan membentuk lapisan tunggal dan relatif reversibel. Batas minimal suatu adsorpsi dikategorikan sebagai kemisorpsi adalah memiliki harga energi adsorpsi sebesar 20.92 kJ/mol (Adamson, 1997). Energi yang menyertai adsorpsi kimia relatif tinggi yaitu berkisar 42-420 kJ/mol. Hal ini diperkuat oleh studi spektroskopi bahwa terjadi transfer elektron dan terbentuk ikatan kimia antara adsorben dan adsorbat. Proses adsorpsi larutan secara teoritis umumnya berlangsung lebih lama dibandingkan proses adsorpsi pada gas, uap atau cairan murni

(Shaw, 1983). Hal ini disebabkan pada adsorpsi larutan melibatkan persaingan antara komponen larutan dengan situs adsorpsi. Proses adsorpsi larutan dapat diperkirakan secara kualitatif dari polaritas adsorben dan komponen penyusun larutan. Kecenderungan adsorben polar lebih kuat menyerap adsorbat polar dibandingkan adsorbat non polar, demikian pula sebaliknya. Kelarutan adsorbat dalam pelarut merupakan faktor yang menentukan dalam proses adsorpsi, umumnya substansi hidrofilik sukar teradsorpsi dalam larutan encer.

Adsorpsi suatu zat dari larutan berbeda dengan adsorpsi zat secara individu karena larutan mengandung minimal dua komponen yang dapat membentuk lapisan pada permukaan adsorben. Jika permukaan adsorben dari larutan telah jenuh dengan molekul adsorbat maka hanya terjadi penggantian satu komponen dengan komponen lainnya. Pada dasarnya, suatu adsorben seharusnya memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi, yaitu memiliki pori-pori berdiameter kecil agar proses retensi partikel adsorbat oleh adsorben berlangsung lebih efektif. Secara spesifik, ukuran pori juga menentukan adsorpsi suatu senyawa tertentu dalam larutan. Jika ukuran pori adsorben semakin kecil maka kemampuan adsorpsinya semakin besar, dengan anggapan bahwa komponen yang teradsorpsi dapat memasuki rongga porinya.

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi adalah:

- Jenis adsorben

Tiap adsorben mempunyai karakteristik tersendiri. Adsorben yang baik untuk mengadsorpsi zat yang satu, belum tentu baik untuk zat yang lain.

- Macam zat yang di adsorpsi

Zat yang bersifat asam akan mudah diadsorpsi dengan adsorben basa, demikian pula sebaliknya karena asam dan basa akan saling tarik menarik.

- Konsentrasi masing-masing zat

Semakin tinggi konsentrasi, makin besar solute atau adsorben yang dapat teradsorpsi. Jika konsentrasi solute tinggi, kemungkinan adsorpsi bersentuhan

dengan adsorbent makin besar, dengan demikian solute yang teradsorpsi makin besar pula.

- Luas permukaan

Semakin luas permukaan adsorben, maka besar kemampuan menarik adsorban.

- Temperatur

Jika suhu dinaikkan, molekul adsorben akan bergerak lebih cepat sehingga sulit menangkap dan mengadsorpsi molekul.

Adsorben dengan luas permukaan dan berat tertentu, zat yang diadsorpsi tergantung pada konsentrasi *solute* di sekitar *solvent*. Makin tinggi konsentrasinya, makin besar pula zat yang diadsorpsi. Proses adsorpsi berada dalam keadaan seimbang. Apabila kecepatan suatu zat ditambah atau dikurangi maka akan terjadi keadaan setimbang yang baru.

Syarat-syarat adsorben yang baik, antara lain:

- Mempunyai daya serap yang besar
- Berupa zat padat yang mempunyai luas permukaan besar
- Tidak boleh larut dalam zat yang akan teradsorpsi
- Tidak boleh mengadakan reaksi kimia dengan campuran yang akan dimurnikan
- Dapat diregenerasi kembali dengan mudah
- Tidak beracun

(Rini dan Lingga, 2010).

### 2.7.1 Isoterm Adsorpsi

Distribusi zat warna yang teradsorp pada permukaan adsorben adalah ukuran posisi kesetimbangan dalam proses adsorpsi dikenal dengan isoterm adsorpsi. Terdapat beberapa isoterm, antara lain isoterm Langmuir dan Freundlich.

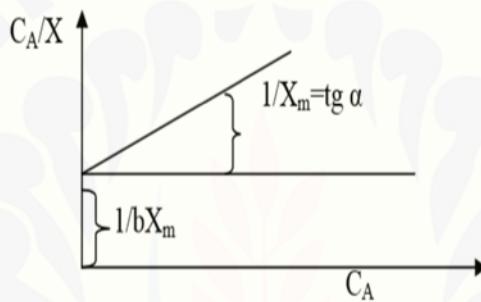
#### a. Persamaan Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi, yaitu (a) adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (*monolayer*), (b) panas adsorpsi tidak tergantung

pada penutupan permukaan, dan (c) semua situs dan permukaannya bersifat homogen. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{X}{C_A} = \frac{1}{(C_A + b)} + \frac{1}{b}$$

Grafik  $C_A/X$  terhadap  $C_A$  akan menghasilkan garis lurus dengan kemiringan (slope)  $1/X_m$  dan intersep  $1/bX_m$  seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4



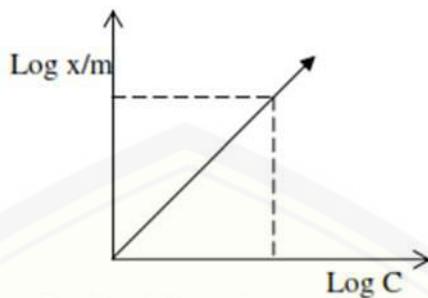
Gambar 2.4 Kurva isoterm adsorpsi Langmuir  
(Sumber: Oscik & Cooper, 1994)

#### b. Persamaan Isoterm Adsorpsi Freundlich

Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich didasarkan atas terbentuknya lapisan *monolayer* dari molekul-molekul adsorbat pada permukaan adsorben. Namun pada adsorpsi Freundlich situs-situs aktif pada permukaan adsorben bersifat heterogen. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\log(x/m) = \log k + 1/n \log c$$

Sedangkan kurva isoterm adsorpsinya disajikan sebagai berikut:



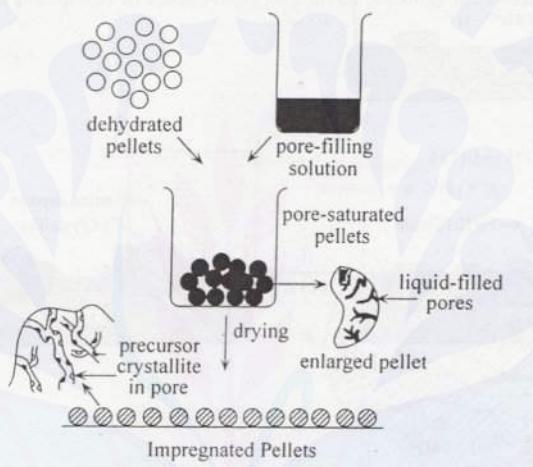
Gambar 2.5 Kurva isoterm adsorpsi Freundlich  
(Sumber: Oscik & Cooper, 1994)

## 2.8 Impregnasi

Salah satu metode pengembangan logam aktif pada silika gel adalah impregnasi. Impregnasi adalah preparasi katalis dengan mengadsorbsikan garam prekursor yang mengandung komponen aktif logam di dalam larutan pada padatan pengembang. Impregnasi dibedakan menjadi dua yaitu impregnasi basah dan impregnasi kering. Perbedaan impregnasi kering dan basah didasarkan pada perbandingan volume larutan prekursor dengan volume pori pengembang. Untuk impregnasi kering, volume larutan berkisar 1-1,2 kali dari volume pori pengembang. Sedangkan, untuk impregnasi basah, volume larutan prekursor lebih dari 1,5 kali dari volume pori pengembang.

Metode impregnasi basah merupakan metode yang paling sederhana dan paling umum digunakan. Metode impregnasi basah (*Impregnation*) merupakan suatu metode deposisi komponen aktif secara langsung (Istadi, 2011). Impregnasi sering didefinisikan sebagai pembuatan katalis melalui proses adsorpsi garam (prekursor) dari larutan ke material penyangga (*support*). Metode ini biasa disebut juga dengan impregnasi basah dikarenakan pori dari material penyangga telah terisi oleh larutan sebelum terjadinya kontak dengan garam (prekursor). Metode jenis ini juga biasa disebut dengan difusional impregnasi dikarenakan impregnasi material penyangga melalui proses difusi garam dalam larutannya untuk mengisi pori.

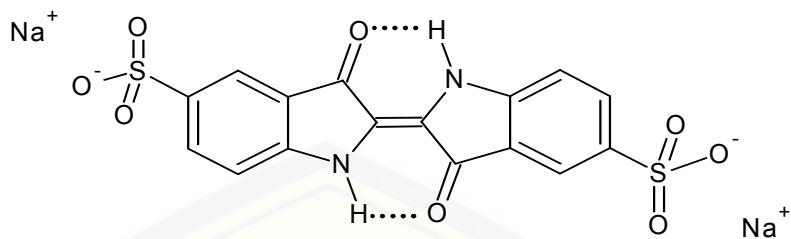
Impregnasi sering digunakan untuk menyiapkan katalis dengan kombinasi penyangga dengan logam yang berbeda (Augustine, 1996). Kelebihan dari metode impregnasi basah ini yaitu relatif sederhana, cepat, dan mampu menyimpan prekursor pada *loading* logam, sementara kelemahan dari metode impregnasi adalah terkadang material tidak terdeposit secara seragam pada pori dan deposit logam cenderung teroksidasi dalam larutan (Bartholomew dan Farrauto, 2006). Proses penyiapan katalis dengan metode impregnasi ini secara skematis ditunjukkan oleh Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Tahapan skematis penyiapan *supported catalyst* dengan cara impregnasi  
(Sumber: Richardson, 1998)

## 2.9 *Indigo Carmine*

*Indigo carmine* merupakan zat warna golongan *indigoid dyes*. *Indigo carmine* mempunyai rumus molekul  $C_{16}H_8N_2O_8S_2Na_2$  dan merupakan zat warna anionik dengan adsorpsi yang sangat kuat. Senyawa ini berupa serbuk berwarna biru-ungu pada suhu kamar dan sensitif pada cahaya, memiliki berat molekul 466,36 g/mol, titik lebur  $>250^{\circ}\text{C}$ , dan larut dalam air sedangkan sedikit larut dalam etanol. *Indigo carmine* berada pada range pH 11,5 sampai 14,0 (Sabnis, 2007). *Indigo carmine* merupakan pewarna *indigoid* yang sering digunakan pada pewarnaan *jeans* dan *wool* (Kuwatno *et al.*, 2007). Struktur dari *indigo carmine* seperti pada gambar berikut:



Gambar 2.7 Struktur kimia zat warna *Indigo Carmine* (Sabnis, 2007).

## 2.10 Spektroskopi UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan bagian teknik analisa spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekan dan daerah *visible* dengan memakai instrument spektrofotometer (Mulja, 1995). Spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada absorpsi gelombang elektromagnetik (cahaya) oleh suatu molekul, dimana energi cahaya yang terserap selanjutnya digunakan untuk transisi elektron. Pada spektrofotometri ultraviolet (190-380nm), yang diserap adalah cahaya ultra ungu, dengan cara ini larutan tak berwarna dapat diukur. Metode spektrofotometri sinar tampak (*visible*) (380-780 nm) didasarkan pada penyerapan sinar tampak oleh suatu larutan berwarna.

Spektrofotometer terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blangko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blangko ataupun pembanding (Khopkar, 1990).

Analisis sampel didasarkan pada penyerapan energi radiasi agar terjadi transisi elektronik suatu elektron dalam atom atau molekul ke tingkat energi elektronik yang lebih tinggi. Jumlah energi radiasi yang diserap memungkinkan pengukuran jumlah zat penyerap dalam larutan secara kuantitatif (Khopkar, 1990). Intensitas penyerapan dijelaskan dengan hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert menyatakan bahwa proporsi berkas cahaya datang yang diserap oleh suatu bahan/medium tidak

bergantung pada intensitas berkas cahaya yang datang. Hukum Lambert ini tentunya hanya berlaku jika di dalam bahan/medium tersebut tidak ada reaksi kimia ataupun proses fisis yang dapat dipicu atau diimbasi oleh berkas cahaya datang tersebut. Berikut persamaan Lambert-Beer:

$$A = \epsilon b c$$

Keterangan:

$A$  = absorbansi

$\epsilon$  = absorptivitas molar (L/mol.cm)

$c$  = konsentrasi molar (mol/L)

$b$  = panjang/ketebalan dari bahan/medium yang dilintasi oleh cahaya (cm)

Warna-warna pada spektrum sinar tampak beserta warna komplementernya ditabulasikan pada Tabel 2.2 berikut ini:

$\lambda$ (nm)	Warna yang diserap	Warna komplementer
<200	Ultraviolet jauh	Tidak berwarna
300	Ultraviolet dekat	Tidak berwarna
420	Violet	Kuning lemon
430	Indigo	Kuning
470	Biru	Oranye
500	Hijau-biru	Merah
530	Hijau	Lembayung
560	Kuning lemon	Violet
580	Kuning	Indigo
620	Oranye	Biru
700	Merah	Hijau-biru
>1000	Inframerah	Tidak berwarna

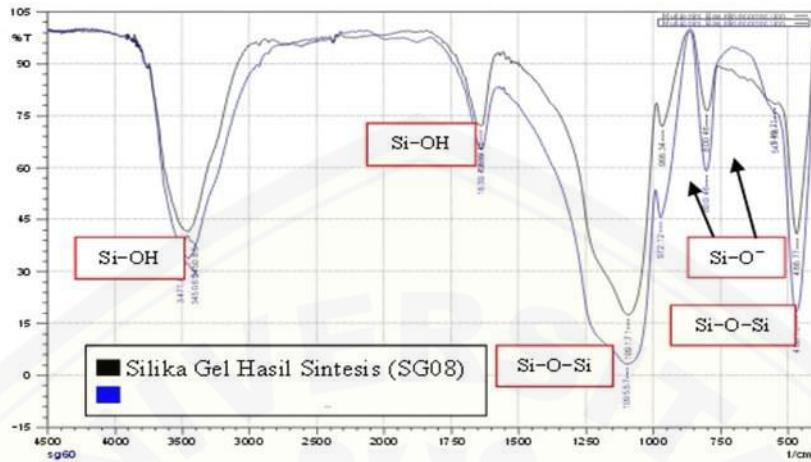
Sumber: Effendy (2007)

Menurut Wagh dan Shrivastava (2015), panjang gelombang maksimum larutan *indigo carmine* sebesar 611 nm.

## 2.11 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi Inframerah merupakan suatu metode yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik. Prinsip dasar pada alat ini yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan atau gugus fungsi dalam molekul yang dapat mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang 12800-10 cm<sup>-1</sup>. Pada umumnya daerah radiasi inframerah terbagi dalam daerah inframerah dekat (12800-4000 cm<sup>-1</sup>), daerah inframerah tengah (4000-200 cm<sup>-1</sup>), daerah inframerah jauh (200-10 cm<sup>-1</sup>). Daerah yang paling banyak digunakan untuk berabagai keperluan adalah 4000-690 cm<sup>-1</sup>, daerah ini biasa disebut sebagai daerah inframerah tengah (Khopkar, 2008).

Menurut penelitian dari Yusuf, *et al.*, (2014), silika hasil sintesis (SG08) dan kiesel gel 60G muncul pita serapan yang melebar di bilangan gelombang 3468,01cm<sup>-1</sup> dan 3471,87 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi regangan gugus –OH dari Si–OH. Adanya gugus –OH tersebut dipertegas lagi dengan adanya puncak spektrum inframerah pada bilangan gelombang 1639,49 cm<sup>-1</sup> pada kedua silika, hal tersebut menunjukkan adanya vibrasi bengkokan pada gugus –OH dari Si–OH. Pada pita serapan 1091,71 cm<sup>-1</sup> dan 1095,57 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi regangan Si–O dari Si–O–Si, dan diperjelas keberadaan ikatan Si–O yang muncul pada 466,77 cm<sup>-1</sup> dan 468,70 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan vibrasi bengkokan dari Si–O–Si. Pita serapan karakteristik gugus siloksi (Si–O<sup>-</sup>) juga muncul pada bilangan gelombang 800,46 cm<sup>-1</sup> yang terdapat pada kedua jenis silika yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri Si–O pada ikatan Si–O–Si. Pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang 966,34 cm<sup>-1</sup> pada silika hasil sintesis (SG08) merupakan vibrasi ulur asimetri Si–O pada Si–OH, sedangkan pada silika kiesel gel 60G menunjukkan vibrasi ulur asimetri Si–O pada Si–OH yang muncul pada pita serapan dibilangan gelombang 972,12 cm<sup>-1</sup>. Berikut hasil karakterisasi silika gel dengan FTIR:



Gambar 2.8 Spektra infra merah (a) silika gel hasil sintesis (SG08), (b) Kiesel gel 60 G (Merck) (Yusuf, *et al.*, 2014)

## 2.12 Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X adalah teknik analitik untuk menentukan kristal suatu padatan, seperti keramik, logam, material elektronik, organik, dan polimer. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Keterangan:  $d$  = jarak antar bidang atom dalam kristal

$\lambda$  = panjang gelombang sinar X

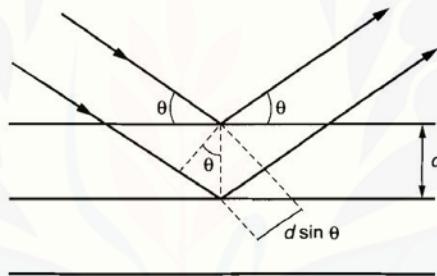
$\theta$  = sudut difraksi

$n$  = tingkat difraksi

Di mana  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  merupakan sudut antara sinar yang terjadi dengan penampang lapisan sehingga lebih dikenal sebagai sudut Bragg, dan  $n$  adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan ( $n = 1, 2, \dots$ ). Ketika panjang garis edar kristal ( $2d \sin \theta$ ) merupakan multi panjang gelombang, interferensi yang menguatkan terjadi dan

intensitas difraksi dapat ditentukan. Intensitas difraksi berhubungan dengan puncak yang akan menentukan tipe dan pengaturan atom-atom pada setiap lapisan (Tan, 1991).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Tan, 1991). Ilustrasi Hukum Bragg dapat dilihat pada gambar 2.7 :



Gambar 2.9 Ilustrasi hukum Bragg (Asmuni, 2000)

Puncak yang melebar menunjukkan kristalinitas rendah (amorf), sedangkan puncak yang meruncing menunjukkan kristalinitas yang lebih baik. Difraksi sinar-X sangat penting pada identifikasi senyawa kristalin. Kekuatan dari cahaya yang terdifraksi tergantung pada kuantitas material kristalin yang sesuai di dalam sampel sehingga sangat mungkin mendapatkan analisa kuantitatif dari sejumlah relatif konstituen dari campuran senyawa padatan (Tan, 1991).

### 2.13 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah sebuah instrumen berkekuatan besar dan sangat handal yang dipadukan dengan EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) sehingga dapat digunakan untuk memeriksa, observasi, dan karakterisasi struktur terkecil benda-benda padat dari material organik maupun anorganik yang heterogen serta permukaan bahan dengan skala mikrometer bahkan sampai sub-mikrometer yang menggunakan sumber medan emisi dan mempunyai resolusi gambar 1,5 nm, sehingga dapat menentukan sifat dari bahan yang diuji baik sifat fisis, kimia maupun mekanis yang dapat mempengaruhi mutu dan kualitas dari suatu produk.

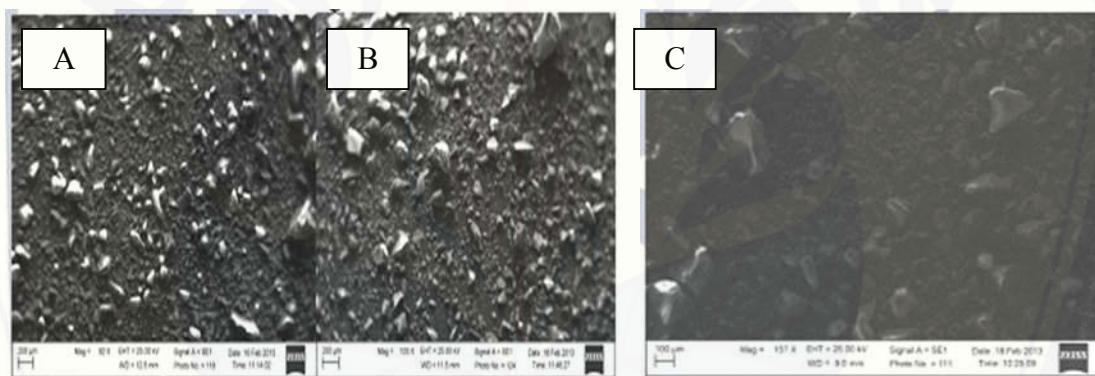
Bagian terpenting dari SEM adalah kolom elektron (*electron column*) yang memiliki piranti-piranti sebagai berikut:

- Pembangkit elektron (elektron gun) dengan filamen sebagai pengemisi elektron atau disebut juga sumber iluminasi.
- Sebuah sistem lensa elektromagnet yang dapat dimuat untuk dapat memfokuskan atau mereduksi berkas elektron yang dihasilkan filamen ke diameter yang sangat kecil.
- Sebuah sistem perambah (*scan*) untuk menggerakan berkas elektron terfokus tadi pada permukaan spesimen.
- Satu atau lebih sistem deteksi untuk mengumpulkan hasil interaksi antara berkas elektron dengan spesimen dan merubahnya ke signal listrik.
- Sebuah konektor ke pompa vakum.

SEM menerapkan prinsip difraksi elektron, dimana pengukurannya sama dengan mikroskop optik. Prinsipnya adalah elektron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM. Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi energi menyediakan medan magnetik bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh

detektor sekunder atau detektor *backscatter*. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas dipermukaan *Cathode RayTube* (CRT) sebagai topografi gambar (Gunawan, 1979). Keunggulan yang dimiliki oleh SEM adalah kemampuan untuk menggambar area yang besar secara komparatif dari spesimen, kemampuan untuk menggambar materi bulk dan berbagai mode analitikal yang tersedia untuk mengukur komposisi dan sifat dasar dari spesimen.

Menurut penelitian dari Ummah (2013), sampel silika gel dari TEOS memiliki permukaan yang tidak merata dan terdiri dari gumpalan-gumpalan (*cluster*) dan ukuran butirnya cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada sampel silika. Hal tersebut dipengaruhi oleh adanya waktu aging yang dilakukan pada saat proses sintesis. Berikut gambar hasil SEM:



Gambar 2.10 Hasil foto SEM silika gel pada variasi waktu pemanasan (a) 2 jam (b) 4 jam dan (c) 6 jam (Ummah, 2013)

Informasi tambahan yang didapatkan dari analisis dengan SEM adalah EDX yang dapat menunjukkan unsur-unsur yang terdapat pada sampel serta komposisi sampel berdasarkan unsur tersebut. Komposisi massa dari unsur yang terdapat pada silika gel hasil sintesis antara lain O sebesar 49,18%, Si sebesar 22,5%, C sebesar 27,4% dan F sebesar 0,92%. Berdasarkan unsur tersebut, maka dapat diindikasikan bahwa dalam sampel tersebut terdapat kandungan unsur silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan yang lain adalah pengotor (Ummah, 2013).

## BAB 3. METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2015 hingga Agustus 2016 di Laboratorium Kimia Organik, Laboratorium Kimia Dasar, Laboratorium Biokimia dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember. Karakterisasi FTIR, XRD dan SEM-EDX dilaksanakan di Laboratorium Sentral, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan

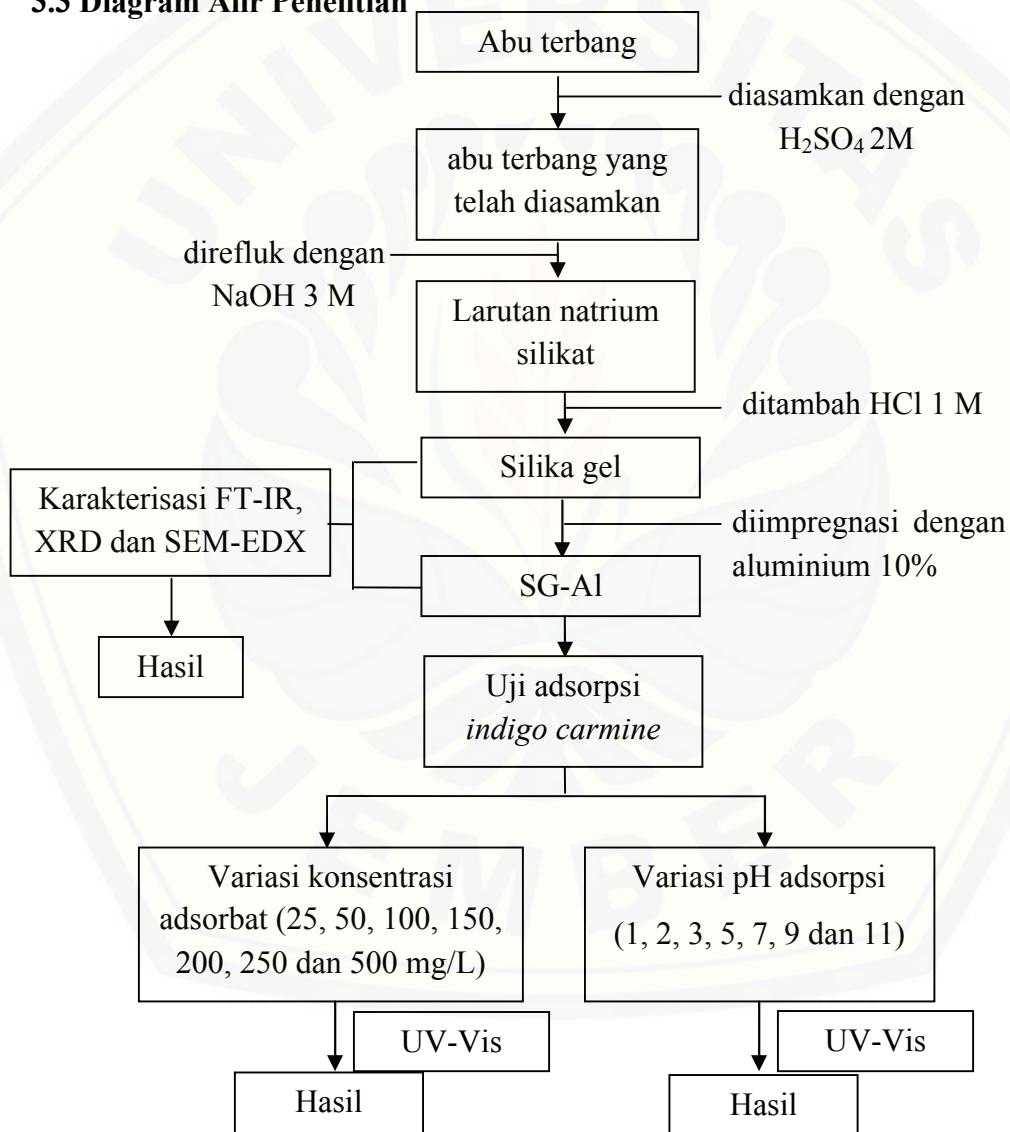
#### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia 100 mL, 250 mL, 400 mL; gelas ukur 25 mL, 100 mL; labu ukur 500 mL, 100 mL, 10 mL; pipet mohr 10 mL, pipet volume 1 mL, 5 mL; erlenmeyer 100 mL; kondensor, labu alas bulat, termometer, stirer magnetik dan pemanas listrik (Lab. Companion HP-3000), oven (Memmert), neraca analitik (Ohaus Analytical Plus), *furnace* (Barnstead Thermolyne 1400), pH meter (Jenway 3505), gelas arloji, mortar, cawan porselein, *ball* pipet, ayakan ukuran 120 mesh, set alat spektrometri UV-Vis (*UV-Vis Spectrophotometers* 756 CRT, Spektronik 20), Spektronik 20), alat penggoncang (*shaker*), spektrometer FTIR (Shimadzu IR, Prestige 21), XRD (*X-Ray Diffraction* Phillips Expert, PW 1710 menggunakan radiasi Cu-K $\alpha$ ), SEM (FEI Inspect-S50) dan EDS (EDAX AMETEK).

### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi abu terbang (*fly ash*) dari PLTU Paiton-Probolinggo, aquades, NaOH (Merck, 99%), HCl (Merck, 37%), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merck, 96%), *indigo carmine* (Merck pa), indikator pH universal, kertas saring *whatman* no. 42, Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O (Merck, 98,5%).

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan Perekusi

##### a. Pembuatan Larutan NaOH 3 M

Larutan NaOH 3 M dibuat dengan cara menimbang terlebih dahulu NaOH sebanyak 30 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit akuades. NaOH ditambah akuades untuk melarutkannya, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

##### b. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Labu ukur 250 mL diisi dengan akuades terlebih dahulu. Larutan HCl 1 M dibuat dengan mengambil 20,7 mL HCl 37% (12 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

##### c. Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M

Labu ukur 250 mL diisi dengan akuades terlebih dahulu. Larutan HCl 1 M dibuat dengan mengambil 27,7 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96% (18 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

##### d. Pembuatan Larutan Baku *Indigo Carmine*

Larutan baku zat warna *Indigo Carmine* 500 mg/L dibuat dengan cara menimbang terlebih dahulu *Indigo Carmine* sebanyak 0,25 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit akuades. *Indigo Carmine* ditambah akuades untuk melarutkannya, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

#### e. Pembuatan Larutan Sampel *Indigo Carmine*

Pembuatan larutan sampel *Indigo Carmine* 25, 50, 100, 150, 200, dan 250 mg/L dibuat dengan cara melarutkan 5; 10; 20; 30; 40; dan 50 mL larutan baku *Indigo Carmine* dengan aquades ke dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

#### 3.4.2 Preparasi Sampel

Sebanyak 20 gram sampel (*fly ash*) yang diambil dari PLTU Paiton-Probolinggo ditimbang dan diasamkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M sebanyak 100 mL untuk menghilangkan pengotor dan oksida-oksida logam yang terdapat pada *fly ash*. Sampel diaduk menggunakan stirer magnetik selama 1 jam kemudian disaring dengan corong Buchner dan residu dinetralkan dengan mencucinya menggunakan aquades berulang kali sampai diperoleh pH 7 (pH diukur menggunakan indikator pH universal) (Astuti dan Mahatmanti, 2010). Residu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100 °C (Okutani, 2009).

#### 3.4.3 Pembuatan Silika Gel

Sampel (*fly ash*) yang telah dicuci dengan HCl, direndam dalam 120 mL NaOH 3 M dan direfluk selama 2 jam. Selanjutnya campuran disaring dengan kertas saring *whatman* no. 42 dan filtrat (mengandung silika) yang diperoleh ditampung dalam beaker glass. Silika diendapkan dengan cara menambahkan larutan HCl 1 M ke dalam filtrat secara bertahap hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7) (pH diukur menggunakan indikator pH universal), kemudian didiamkan selama 18 jam dalam suhu ruang. Endapan dipisahkan dan dibilas menggunakan aquades untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 8 jam (Amaria *et al.*, 2012). Silika gel kemudian digerus menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan 120 mesh, kemudian silika dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 4 jam.

### 3.4.4 Pembuatan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

Silika gel selanjutnya diimpregnasi dengan logam aktif Al sebanyak 10%. Impregnasi dilakukan dengan cara menempatkan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 6,95 gram ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan dengan 50 mL akuades sambil diaduk. Massa logam Al yang diimpregnasi ini didapatkan dari perhitungan yang terlampir pada Lampiran 1 (A.4). Larutan yang diperoleh selanjutnya ditambahkan dengan silika gel sebanyak 5 gram. Campuran selanjutnya diaduk menggunakan stirer magnetik selama 120 menit. Silika selanjutnya disaring dan residu yang didapat dipanaskan dalam oven pada temperatur 100 °C selama dua jam. Silika terimpregnasi aluminium yang telah kering selanjutnya dikalsinasi dengan temperatur sebesar 550 °C selama 4 jam (Shin *et al.*, 2004).

### 3.4.5 Perhitungan Rendemen

Rendemen dihitung dengan cara membandingkan massa silika gel dengan massa bahan baku (abu terbang). Rendemen dihitung dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Rendemen}(\%) = \frac{a}{b} \times 100\%$$

Di mana: a = massa silika hasil ekstraksi (g)

b = massa silika dalam fly ash (g)

### 3.4.6 Karakterisasi Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

#### a. Analisa Kualitatif dengan FTIR

Silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan Spektrofotometer FTIR.

#### a. Analisa Kualitatif dengan XRD

Sampel ditimbang sebanyak 0,5-1 gram, dimasukkan dalam *sample holder*, dibaca difraktogram dengan *X-Ray* difraktometer. Sampel dianalisa pada panjang gelombang 1,5406 dengan sudut  $2\theta$  (5°-90°) (Kurniyasari, 2012).

### b. Analisa Kualitatif dengan SEM-EDX

Silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium diidentifikasi morfologi dan topografi serta unsur-unsur yang terkandung di dalamnya menggunakan *Scanning Electron Microscopes-Energy Dispersive X Ray* (SEM-EDX).

#### 3.4.7 Uji Adsorpsi Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium terhadap Zat Warna *Indigo carmine*

##### a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Zat Warna *Indigo Carmine*

*Scanning* menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum *indigo carmine*. Panjang gelombang maksimum larutan *indigo carmine* ditentukan dengan mengukur absorbansi dari salah satu larutan standar yaitu 5 ppm pada rentang panjang gelombang 400-700 nm. Larutan blanko yang digunakan adalah aquades. Larutan blanko berfungsi sebagai kontrol dalam suatu percobaan sebagai nilai 100% transmitan. Data hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dirancang sesuai dengan Tabel 3.1 di bawah ini:

Tabel 3.1 Pengukuran Panjang Gelombang Indigo Carmine

Panjang gelombang ( $\lambda$ )	Absorbansi

##### b. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Deret larutan standar yang telah dibuat (1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 dan 10 ppm) digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer *visible* pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh pada saat *scanning*, kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan memplotkan konsentrasi terhadap nilai absorbansi. Plot tersebut akan menghasilkan persamaan garis  $y = a + bx$

### c. Variasi pH Adsorpsi

Silika gel yang sudah ditimbang sebanyak 50 mg dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah terisi larutan *indigo carmine* 25 mL pada konsentrasi 200 ppm. Kemudian diukur pH sistem menggunakan pH meter. Variasi pH sistem yang digunakan adalah pH 1, 2, 3, 5, 7, 9 dan 11. Untuk mendapatkan pH asam, ditambahkan tiap tetes HCl 0,01 M sedangkan untuk mendapatkan pH sistem basa maka ditambahkan tiap tetes NaOH 0,01 M sampai pH dari larutan sesuai dengan yang diinginkan. Tujuan dilakukan variasi pH sistem adalah untuk membentuk muatan negatif dan muatan positif pada permukaan silika gel maupun silika gel terimpregnasi aluminium sehingga dapat meningkatkan nilai kapasitas adsorpsi. Selanjutnya proses adsorpsi dilakukan dengan menggoyangkan erlenmeyer menggunakan *shaker* pada kecepatan 120 rpm selama 60 menit. Setelah proses adsorpsi selesai, larutan disaring menggunakan kertas saring whatman no.42 dan filtrat yang diperoleh diencerkan sebanyak 40 kali untuk masing-masing variasi pH dan filtrat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing pH sistem dibuat 3 buah sampel sehingga ada tiga kali pengulangan (triplo). Proses adsorpsi pada variasi pH sistem adsorbat dilakukan menggunakan silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium. Data hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-

Tabel 3.2 Variasi pH sistem

---

Waktu pH sistem Pengulangan Absorbansi

---

#### d. Variasi Konsentrasi Adsorbat

pH optimum yang diperoleh digunakan untuk proses adsorpsi pada berbagai variasi konsentrasi larutan. Larutan zat warna *indigo carmine* dibuat dengan variasi konsentrasi larutan 25, 50, 100, 150, 200, 250 dan 500 ppm pada pH optimum. Silika gel yang sudah ditimbang sebanyak 50 mg dimasukkan ke dalam masing-masing

erlenmeyer yang telah terisi larutan *indigo carmine* pada berbagai konsentrasi dan ditutup dengan aluminium foil. Masing-masing variasi konsentrasi larutan *indigo carmine* diambil sebanyak 25 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Selanjutnya proses adsorpsi dilakukan dengan menggoyangkan erlenmeyer menggunakan *shaker* pada kecepatan 120 rpm selama 60 menit. Setelah proses adsorpsi selesai, larutan disaring menggunakan kertas saring whatman no.42 dan filtrat yang diperoleh diencerkan sebanyak 40 kali untuk masing-masing variasi konsentrasi dan filtrat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing konsentrasi adsorbat dibuat 3 buah sampel sehingga ada tiga kali pengulangan (triplo). Proses adsorpsi pada variasi konsentrasi adsorbat dilakukan menggunakan silika gel dan silika gel terimpregnasi aluminium. Data hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis disusun dalam bentuk Tabel 3.3 di bawah ini:

Tabel 3.3 Variasi Konsentrasi Indigo Carmine

Konsentrasi adsorbat (mg/L)	Pengulangan	Absorbansi

#### e. Penentuan Konsentrasi Sampel dengan Spektrometer UV-Vis

Pengukuran nilai absorbansi pada konsentrasi larutan *indigo carmine* dengan mengoptimalkan alat spektrometer UV-Vis sesuai petunjuk penggunaan alat kemudian diukur masing-masing larutan sebelum dan setelah proses adsorpsi. Dicatat nilai absorbansinya, kemudian dihitung konsentrasi larutan menggunakan persamaan:

$$x = \frac{y - b}{a} \times \text{faktor pengenceran}$$

keterangan:

$y$  = absorbansi

$m$  = slope atau kemiringan dari kurva kalibrasi

$x$  = konsentrasi *indigo carmine*

$a$  = intersep atau perpotongan terhadap sumbu  $y$

(Gandjar & Rohman, 2007).

### 3.5 Analisis Data

#### 3.5.1 Efisiensi Adsorpsi

Perbedaan konsentrasi larutan *indigo carmine* antara sebelum dan sesudah penyerapan silika gel menggunakan persamaan berikut:

$$q = \frac{(C_o - C_f)V}{m}$$

$$\text{Efisiensi Adsorpsi Zat Warna}(\%) = \left( \frac{C_o - C_f}{C_o} \right) \times 100\%$$

Di mana:

$q$  = kapasitas adsorpsi (mg/g)

$C_o$  = konsentrasi awal larutan *indigo carmine* (mg/L)

$C_f$  = konsentrasi akhir larutan *indigo carmine* setelah adsorpsi (mg/L)

$V$  = volume larutan *indigo carmine* (mL)

$m$  = massa silika gel (g)

(Alver dan Metin, 2012).

#### 3.5.2 Penentuan Model Adsorpsi pada Proses Adsorpsi *Indigo Carmine*

Isotermal adsorpsi digunakan untuk menentukan model adsorpsi dari proses adsorpsi yang terjadi. Model adsorpsi yang umumnya digunakan yaitu model Langmuir dan Freundlich. Kedua model ini masing-masing memiliki karakteristik yang berbeda. Bentuk linier dari model adsorpsi Langmuir yaitu:

$$\frac{C_e}{a} = \frac{1}{K_L a_m} + \frac{1}{a_m} C_e$$

di mana:

$C_e$  = konsentrasi saat kesetimbangan

$a$  = jumlah yang diadsorp pada 1 g adsorben saat kesetimbangan

$K_L$  = konstanta Langmuir

$a_m$  = kapasitas adsorpsi saat terjadi kejenuhan

Bentuk linier dari model adsorpsi Freundlich yaitu:

$$\log a = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e$$

di mana:

$K_F$  = konstanta Freundlich

$n$  = parameter dari persamaan Freundlich

(Zelentsov, *et al.*, 2012).

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

1. Silika gel berhasil dibuat dengan metode *sol-gel* yang berasal dari bahan baku *fly ash* dan modifikasi silika gel berhasil dibuat dengan impregnasi logam Al ditunjukkan dengan hasil FTIR adanya gugus silanol (Si-OH) pada daerah bilangan gelombang 1,639,55 dan 3.284,77  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus siloksan (Si-O-Si) pada daerah bilangan gelombang 455,41 dan 441,7  $\text{cm}^{-1}$ ; 804,31 dan 802,39; 1.080,14 dan 1.045,42  $\text{cm}^{-1}$  pada panjang gelombang daerah infra merah  $400 \text{ cm}^{-1}$  –  $4000 \text{ cm}^{-1}$ . Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologi SG dan SG-Al yang tidak seragam dengan ukuran partikel 0,13-0,15  $\mu\text{m}$  serta unsur yang terkandung dalam silika gel adalah unsur O, Si, Na dan Al dan pada SG-Al adalah unsur O, Si, dan Al.
2. SG dan SG-Al memiliki kemampuan adsorpsi optimum pada pH 2 dan pH 3 berturut-turut. Pengaruh konsentrasi IC terhadap kemampuan adsorpsi SG dan SG-Al mengikuti model Langmuir memiliki nilai kapasitas adsorpsi sebesar 25,907 mg/g dan 41,841 mg/g. Kemampuan adsorpsi SG-Al 61,51% lebih baik dibandingkan silika gel tanpa modifikasi.

### 5.2 Saran

Diperlukan upaya pengembangan metode impregnasi lain untuk meningkatkan jumlah Al yang diimpregnaskan sehingga dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap zat warna anionik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A.W., & Gast, A.P. 1997. *Physical Chemistry of Surfaces: Six Edition.* New York: John Willey & Son Inc.
- Affandi, S. 2011. *Sintesis Silika Gel Kadar Silika Tinggi dari Abu Bagasse Dan Aplikasinya sebagai Adsorben.* Tidak Diterbitkan. Laporan Disertasi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Alberty, R. A. 1997. *Physical Chemistry.* New York: John Willey and Sons Inc.
- Alfaruqi, M. H. 2008. *Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15.* Skripsi. Jakarta: Fakultas Teknik UI.
- Alver, Erol & Metin, A. Ü. 2012. Anionic dye removal from aqueous solutions using modified zeolite: Adsorption kinetics and isotherm studies. *Chemical Engineering Journal*, **200–202** (2012): 59–67.
- Amaria. 2012. Adsorpsi Ion Sianida Dalam Larutan Menggunakan Adsorben Hibrida Aminopropil Silika Gel Dari Sekam Padi Terimpregnasi Aluminium. *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, **19** (1):56-65.
- Ambarsari, L. P. 2010. “Adsorpsi Metilen Biru dengan Abu Dasar PT. Ipmomi Probolinggo Jawa Timur dengan Metode Kolom”. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Surabaya: Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh November.
- Anonim. 1999. Peraturan Pemerintah Nomor 85 Tahun 1999, tentang Perubahan Peraturan Pemerintah Nomor 18 Tahun 1999, tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun, Sekretariat Bapedal, Jakarta.
- Arami, M., Limaee, N. Y., Mahmoodi, N. M., and Tabrizi, N. S. 2005. Removal of Dyes From Colored Textile Wastewater by Orange Peel Adsorbent: Equilibrium and kinetic studies. *Journal of Colloid and Interface Science*. **288** (2): 371-376
- Astuti, W., dan Mahatmanti, F. W. 2010. *Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya sebagai Adsorben Timbal dalam Pengolahan Limbah Elektroplating.* Laporan Tugas Akhir. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

- Augustine, R. L. 1996. *Heterogenous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York: Marcell Dekker. Inc.
- Bakri, R., Utari, T., dan Sari, I. P. 2008. Kaolin sebagai Sumber SiO<sub>2</sub> untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO<sub>2</sub>: Karakterisasi dan Uji Katalis pada Hidrogenasi Benzena menjadi Sikloheksana. *Jurnal Sains*. **12** (1): 37-43.
- Bartholomew, C. H. dan Farrauto, R. J. 2006. *Fundamentals of Industrial Catalytic Processes; Second Edition*. New Jersey: John Willey and Sons, Inc.
- Bokau, N. S. 2013. "Sintesis Membran Kitosan Termodifikasi Silika Abu Sekam Padi untuk Proses Dekolorisasi". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Semarang: FMIPA UNNES.
- Cotton, F. A., Wilkinson, Geoffrey. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta : UI-Press.
- Cui, L dan Liu, C. 2008. Performance and Mechanism of Methylene Blue Biosorption on Orange Peel. *Environmental Technology*, **29** (9): 1021-1030.
- Greenwood, N. N dan Earnshaw, A. 1997. *Chemistry Of The Elements, Second Edition*. China : Butterworth-Heinemann.
- Gunawan, B. dan Citra D. A. 1979. Karakterisasi Spektrofotometri I R dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas dari Bahan Polimer Poly Ethelyn Glycol (PEG). *Journal Sains*. **3** (2): 1-17.
- Guo, Z. dan Tan, L. 2009. *Fundamentals and Applications of Nanomaterials*. Artech House: Boston London.
- Gupta, V. K. dan Suhas. 2009. Application of low-cost adsorbents for dye removal. *Journal of Environmental Management*, **90** (8): 2313-2342.
- Haryo, S. 2011. Pengaruh Kalsinasi Terhadap Pembentukan Nanopartikel Tungsten Trioksida Hasil Proses Sol-Gel. Tesis. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan T. Material dan Metalurgi.
- Indrawati., Gunawan., Widodo, S., dan Didik. 2008. "Dekolorisasi Larutan Remazol Brilliant Blue Menggunakan Ozon Hasil Elektrolisis". Tidak Diterbitkan. Seminar Tugas Akhir . Semarang: UNDIP.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis Untuk Konversi Energi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.

- Jang, M., Shin, E. W., Park, J. K., and Choi, S. I. 2003. Mechanisme of Arsenate Adsorption by Higly-Ordered Nano-Structures Silicate Media Impregnated with Metal Oxides. *Environmental Science and Technology*. **37** (21): 5.062-5.070
- Keenan, C. W., Kleinfelter, D.C., dan Wood, J.H. 1992. *Ilmu Kimia Untuk Universitas Edisi keenam. Jilid 2.* Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Khopkar. 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Jakarta: Universitas Indonesia.
- Kristianingrum, S., Siswani, E. D., Fellaeli, A. 2011. *Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel dari Abu Bagasse Dan Uji Sifat Adsorptifnya Terhadap Ion Logam Tembaga (II).* Prosiding Seminar Nasional Kimia. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Kurniyasari. 2012. "Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori dan Aplikasinya untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol". Tidak Dipublikasikan. Skripsi. Jakarta: FMIPA UI.
- Kuwatno., Sriatun., dan Suhartana. 2007. *Elektrodekolorisasi Indigo Karmin Menggunakan Alumina dan Karbon Bekas.* Tidak Diterbitkan. Laporan Tugas Akhir. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Manurung, R., Hasibuan R., dan Irvan. 2004. *Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob Dan Aerob.* Laporan Penelitian. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Marthur, N., Bhatnagar, P., and Bakre, P. 2005. Assessing Mutagenicity Of Textile Dyes From Pali (Rajasthan) Using Ames Bioassay. *Applied Ecology And Environmental Research*, **4** (1): 111-118.
- Melero, J. A., dan Christiansen, S. C. 2000. Direct Synthesis of Ordered SBA-15 Mesoporous Silica Containing Sulfonic Acid Groups. *Research Lab.* **12** (8): 2448-2459.
- Metcalf & Eddy. 2003. *Waste Water Engineering.* New York: Mc Graw Hill International.
- Nugraha, P dan Antoni. 2007. *Teknologi Beton dari Material, Pembuatan Beton Kinerja Tinggi.* Yogyakarta: C.V Andi Offset.

- Nur'aini, A. 2012. "Sintesis Silika Gel dari Abu Dasar Batubara dan Uji Adsorpsi terhadap Rhodamin B". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Yogyakarta: Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga.
- Oscik, J. 1982. *Adsorption*. New York: Horwood Chichester.
- PT Pembangkitan Jawa Bali Paiton. 2002. Material Safety Data Sheet. Probolinggo: PT Pembangkitan Jawa Bali Unit Pembangkitan Paiton.
- Retnosari, A. 2013. "Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika ( $\text{SiO}_2$ ) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara". Tidak Dipublikasikan. Skripsi. Jember: Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Riapanitra, A., Setyaningtyas, T., dan Riyani, K. 2006. Penentuan Waktu Kontak dan pH Optimum Penyerapan Metilen Biru Menggunakan Abu Sekam Padi. *Jurnal Molekul*, **1** (1): 41-44.
- Richardson, J. T. 1998. *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Rozi, F. 2014. "Pemanfaatan Arang Aktif untuk Mendegradasi Raksa dalam Limbah Cair Hasil Proses Amalgamasi Emas". Tidak Dipublikasikan. Skripsi. Jember: Fakultas FMIPA Universitas Jember.
- Salleh, M. A. M., Mahmoud, D. K., Karim, W. A. W. A., dan Idris, A. 2011. Cationic and anionic dye adsorption by agricultural solid wastes: A comprehensive review. *Desalination*, **280** (1): 1–13.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2007. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Shen, D., Fan, J., Zhou, W., Gao, B., Yue, Q., dan Kang, Q. 2009. Adsorption kinetics and isotherm of anionic dyes onto organo-bentonite from single and multisolute systems. *Journal of Hazardous Materials*, **172** (1): 99–107.
- Shin, E. W dan Han, J. S. 2004. Phosphate Adsorption on Aluminum-Impregnated Mesoporous Silicates: Surface Structure and Behavior of Adsorbents. *Environmental Science and Technology*, **38** (3): 912-917.
- Sriyanti., Azmiyawati, C., dan Taslimah. 2005. Adsorpsi Kadmium (II) Pada Bahan Hibrida Tiol-Silika dari Abu Sekam Padi. *JSKA*, **8** (2): 1-11.
- Tan, K.H. 1991. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.

- Ummah, I. L. 2013. Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol Gel dan Aplikasinya terhadap Absorpsi Kelembaban Udara. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, **2** (3): 23-26.
- Widhianti, W. 2010. "Pembuatan Arang Aktif dari Biji Kapuk sebagai Adsorben Zat Warna Rhodamin B". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Surabaya: Fakultas Saintek Universitas Airlangga.
- Yusuf, M., Suhendar, D., dan Hadisantoso, E. P. 2014. Studi Karakteristik Silika Gel dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida. *ISSN*. **8** (1): 16-28.
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., dan Abd-El-All, H. 2009. "Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles". *Journal Of Ovonic*. **5** (5): 129-133.
- Zelentsov, V., Datsko, T., & Dvornikova, E. 2012. Adsorption Models for Treatment of Experimental Data on Removal Fluorine from Water by Oxihydroxides of Aluminum. *ROMAI Journal*. **8** (1): 209-215.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Perhitungan Preparasi Bahan

#### A. Pembuatan Larutan

##### A.1 Pembuatan Larutan NaOH 3 M

$$M = \frac{n \text{ (mol)}}{V \text{ (L)}}$$

$$M = \frac{\text{massa/Mr}}{V}$$

$$3M = \frac{(\frac{\text{massa}}{40 \text{ g/mol}})}{0,25 \text{ L}}$$

$$\text{massa} = 0,3 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 30 \text{ gram}$$

##### A.2 Pembuatan Larutan HCl 1 M

$$M = \frac{\% \times \rho \times 1000\text{g/kg}}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$M = \frac{37\% \times 1,19\text{kg/L} \times 1000\text{g/kg}}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$M = 12,06 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20,73 \text{ mL}$$

### A.3 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M

$$M = \frac{\% \times \rho \times 1000\text{g/kg}}{98 \text{ g/mol}}$$

$$M = \frac{96\% \times 1,84\text{kg/L} \times 1000\text{g/kg}}{98 \text{ g/mol}}$$

$$M = 18,02 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$18,02 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = 27,7 \text{ mL}$$

### A.4 Perhitungan Garam Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O yang Diimpregnaskan

$$\text{*Ar Al} = 27 \text{ gram/mol}$$

$$\text{*Mr Al(NO}_3)_3.9\text{H}_2\text{O} = 375,13 \text{ gram/mol}$$

Al 10% dari 5 gram Silika gel

$$— \times 5 \text{ gram} = 0,5 \text{ gram}$$

$$\text{m garam} = \frac{\text{g/mol garam}}{\text{g/mol Al}} \times 0,5 \text{ gram Al}$$

$$= 6,95 \text{ gram garam Al(NO}_3)_3.9\text{H}_2\text{O}$$

### A.5 Pembuatan Larutan Induk *Indigo Carmine* 500 ppm

$$\text{ppm} = \frac{\text{massa (m)}}{\text{L}}$$

$$500 \text{ ppm} = \frac{\text{massa (mg)}}{0,5 \text{ L}}$$

$$\text{massa} = 250 \text{ mg}$$

### A.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi dari Larutan 100 ppm

(1) Konsentrasi 1 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

(2) Konsentrasi 2 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

(3) Konsentrasi 3 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,3 \text{ mL}$$

(4) Konsentrasi 4 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,4 \text{ mL}$$

(5) Konsentrasi 5 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

(6) Konsentrasi 6 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,6 \text{ mL}$$

(7) Konsentrasi 7 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 7 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,7 \text{ mL}$$

(8) Konsentrasi 8 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

(9) Konsentrasi 9 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 9 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,9 \text{ mL}$$

(10) Konsentrasi 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

#### A.7 Pembuatan Larutan Sampel dengan Variasi Konsentrasi

(1) Konsentrasi 25 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 25 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

(3) Konsentrasi 100 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

(5) Konsentrasi 200 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 200 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 40 \text{ mL}$$

(2) Konsentrasi 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 50 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

(4) Konsentrasi 150 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 150 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 30 \text{ mL}$$

(6) Konsentrasi 250 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 250 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

#### A.8 Pembuatan Larutan Sampel yang diencerkan setelah Proses Adsorpsi untuk Pengukuran Absorbansi

(1) Konsentrasi 25 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$25 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{25}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(2) Konsentrasi 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{50}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(3) Konsentrasi 100 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{100}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(4) Konsentrasi 150 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{150}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(5) Konsentrasi 200 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$200 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{200}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(6) Konsentrasi 250 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$250 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{250}{40} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

(7) Konsentrasi 500 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = \frac{500}{100} \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

## B. Ekstraksi Silika Gel dari *Fly Ash* Batubara

### B.1 Perhitungan Rendemen Silika Gel dari Abu Terbang

No	Massa <i>Fly Ash</i> (gram)	Massa Silika Gel (gram)	Massa Silika Gel rata-rata (gram)	Rendemen (%)
1	20,011	2,137		
2	20,022	2,318		
3	20,014	2,544	2,305	31,292 – 38,099
4	20,034	2,457		
5	20,025	2,068		

Kandungan silika dalam *fly ash* sebanyak 30,25 – 36,83% (PJB Paiton, 2002), sehingga menurut teori:

$$\text{Massa } \text{SiO}_2 = \text{Massa Fly Ash} \times \frac{30,25}{100} = 20 \text{ g} \times \frac{30,25}{100} = 6,050 \text{ g}$$

$$\text{Massa } \text{SiO}_2 = \text{Massa Fly Ash} \times \frac{36,83}{100} = 20 \text{ g} \times \frac{36,83}{100} = 7,366 \text{ g}$$

Jadi, rendemen silika gel hasil ekstraksi yaitu:

$$\text{Randemen} = \frac{\text{massa silika hasil ekstraksi}}{\text{massa silika dalam fly ash}} \times 100\%$$

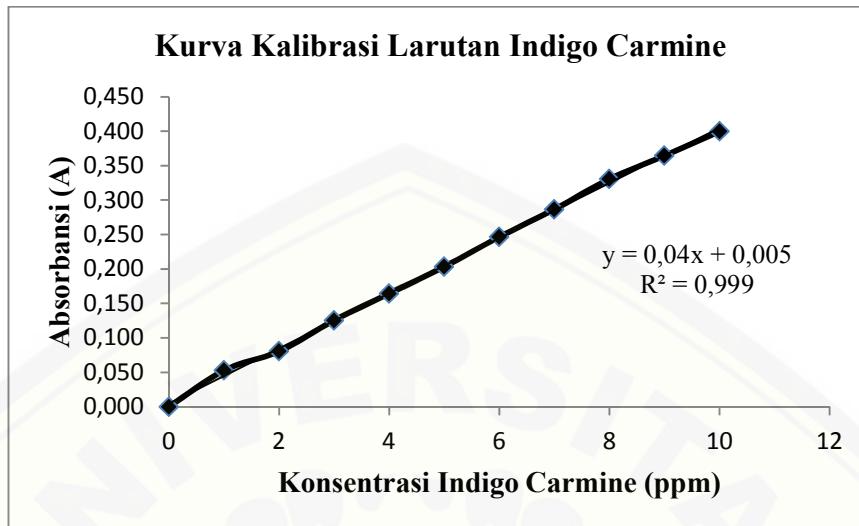
$$\text{Randemen} = \frac{2,305}{6,050} \times 100\% = 38,099 \%$$

$$\text{Randemen} = \frac{2,305}{7,366} \times 100\% = 31,292 \%$$

### C. Kurva Kalibrasi Larutan *Indigo Carmine* dengan Konsentrasi 0-10 ppm

#### C.1 Kurva Kalibrasi Larutan *Indigo Carmine*

Konsentrasi <i>Indigo Carmine</i>	Absorbansi
<i>Carmine</i>	
0 ppm	0.000
1 ppm	0.053
2 ppm	0.081
3 ppm	0.125
4 ppm	0.164
5 ppm	0.203
6 ppm	0.247
7 ppm	0.287
8 ppm	0.331
9 ppm	0.364
10 ppm	0.400



Berdasarkan gambar kurva di atas, dihasilkan persamaan garis lurus  $y = 0,04x + 0,005$ .

#### D. Penentuan Konsentrasi Larutan *Indigo Carmine* Awal dan Konsentrasi Asli dari Larutan *Indigo Carmine*

##### Konsentrasi

<i>Indigo Carmine</i> (ppm)	Absorbansi	[IC] awal (mg/L)	Pengenceran	[IC] asli (mg/L)
25	0.030	0.622	40	24.887
50	0.054	1.218	40	48.715
100	0.108	2.567	40	102.696
150	0.160	3.867	40	154.672
200	0.219	5.350	40	213.980
250	0.263	6.457	40	258.267
500	0.215	5.248	100	524.848

Menggunakan persamaan garis lurus  $y = 0,04x + 0,005$ , di mana  $y$  = absorbansi,  $x$  = [IC] awal.

➤ Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$y \text{ (absorbansi)} = 0,04x + 0,005$$

$$0,030 = 0,04x + 0,005$$

$$0,030 - 0,005 = 0,04x$$

$$0,622 = x$$

$$0,622 \text{ mg/L} = [\text{IC}]_{\text{awal}}$$

$$[\text{IC}]_{\text{asli}} = [\text{IC}]_{\text{awal}} \times fp$$

$$[\text{IC}]_{\text{asli}} = 0,622 \text{ mg/L} \times 40$$

$$[\text{IC}]_{\text{asli}} = 24,887 \text{ mg/L}$$

**E. Penentuan Adsorpsi Larutan *Indigo Carmine* Menggunakan Silika Gel dan SG-Al dengan Variasi pH Sistem**

A. Silika Gel

pH	Konsentrasi (ppm)	Pengenceran	Abs (610 nm)	[IC] Sisa (mg/L)	[IC] Sisa total (mg/L)	[IC] Eql (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/g)	Rerata
pH 1	200	40	0,187	4,545	181,807	172,440		27,560		13,780	
		40	0,190	4,623	184,928	175,400	173,401	24,600	26,599	12,300	13,300
		40	0,187	4,543	181,726	172,363		27,637		13,818	
pH 2	200	40	0,170	4,113	164,531	156,053		43,947		21,973	
		40	0,169	4,097	163,891	155,446	154,762	44,554	45,238	22,277	22,619
		40	0,166	4,027	161,086	152,786		47,214		23,607	
pH 3	200	40	0,177	4,296	171,844	162,990		37,010		18,505	
		40	0,176	4,275	171,002	162,191	162,325	37,809	37,675	18,904	18,838
		40	0,176	4,265	170,581	161,793		38,207		19,104	
pH 5	200	40	0,178	4,315	172,611	163,718		36,282		18,141	
		40	0,178	4,333	173,303	164,374	164,692	35,626	35,308	17,813	17,654
		40	0,180	4,375	175,002	165,985		34,015		17,007	
pH 7	200	40	0,182	4,431	177,243	168,110		31,890		15,945	
		40	0,183	4,453	178,136	168,958	169,215	31,042	30,785	15,521	15,392
		40	0,185	4,496	179,844	170,578		29,422		14,711	
pH 9	200	40	0,190	4,624	184,963	175,433		24,567		12,283	
		40	0,187	4,553	182,120	172,737	173,784	27,263	26,216	13,632	13,108
		40	0,188	4,565	182,591	173,183		26,817		13,408	
pH 11	200	40	0,190	4,626	185,033	175,500		24,500		12,250	
		40	0,191	4,644	185,771	176,200	175,508	23,800	24,492	11,900	12,246
		40	0,189	4,608	184,323	174,826		25,174		12,587	

## B. Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

pH	Konsentrasi	Pengenceran	Abs (610 nm)	[IC] Sisa (mg/L)	[IC] Sisa total (mg/L)	[IC] EqI (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/g)	Rerata
pH 1	200	40	0,174	4,235	166,392	160,664		39,336		19,668	
		40	0,175	4,239	172,577	160,840	161,365	39,160	38,635	19,580	19,318
		40	0,176	4,286	167,422	162,590		37,410		18,705	
pH 2	200	40	0,162	3,920	156,804	148,725		51,275		25,637	
		40	0,163	3,957	158,261	150,107	149,878	49,893	50,122	24,946	25,061
		40	0,164	3,975	158,994	150,802		49,198		24,599	
pH 3	200	40	0,153	3,708	148,313	140,671		59,329		29,664	
		40	0,151	3,657	146,285	138,748	138,660	61,252	61,340	30,626	30,670
		40	0,149	3,599	143,978	136,560		63,440		31,720	
pH 5	200	40	0,173	4,208	168,333	159,660		40,340		20,170	
		40	0,174	4,216	168,637	159,948	159,756	40,052	40,244	20,026	20,122
		40	0,173	4,208	168,333	159,660		40,340		20,170	
pH 7	200	40	0,177	4,298	171,921	163,063		36,937		18,469	
		40	0,176	4,269	170,771	161,972	172,836	38,028	37,490	19,014	18,745
		40	0,176	4,283	171,323	162,496		37,504		18,752	
pH 9	200	40	0,186	4,532	181,297	171,956		28,044		14,022	
		40	0,186	4,532	181,297	171,956	163,063	28,044	27,374	14,022	13,687
		40	0,188	4,585	183,417	173,967		26,033		13,017	
pH 11	200	40	0,186	4,525	180,980	171,659		28,344		14,172	
		40	0,189	4,595	183,661	174,198	159,756	25,802	27,159	12,901	13,580
		40	0,187	4,551	182,049	172,669		27,331		13,666	

Menggunakan persamaan garis lurus  $y = 0,04x + 0,005$ , di mana  $y$  = absorbansi,  $x$  =  $[IC]$  sisa (mg/L).

- pH 1 – pH 11 (menggunakan konsentrasi 200 ppm)

$$y (\text{absorbansi}) = 0,04x + 0,005$$

$$0,187 - 0,005 = 0,04x$$

$$4,545 = x$$

$$4,545 \text{ mg/L} = [IC]\text{sisa}$$

$$\text{Total } [IC]\text{sisa} = [IC]\text{sisa} \times fp$$

$$\text{Total } [IC]\text{sisa} = 181,807 \text{ mg/L}$$

- pH 1 – PH 11 (menggunakan konsentrasi 200 ppm)

$$1) [IC]_{eq} = \text{Total } [IC]\text{sisa} \times \frac{[IC]_{awal}}{[IC]_{asli}}$$

$$[IC]_{eq} = 181,807 \text{ mg/L} \times \frac{200,00 \text{ mg/L}}{213,980 \text{ mg/L}}$$

$$[IC]_{eq} = 172,440 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{eq} = \frac{172,440 + 175,400 + 172,363}{3} (\text{mg/L}) = 173,401 \text{ mg/L}$$

$$2) [IC]_{ads} = [IC]_{awal} - [IC]_{eq}$$

$$[IC]_{ads} = 200,00 \text{ mg/L} - 173,401 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{ads} = 27,560 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{ads} = \frac{27,560 + 24,600 + 27,673}{3} (\text{mg/L}) = 26,599 \text{ mg/L}$$

$$3) [IC]_{ads} (\text{mg/g}) = [IC]_{ads} (\text{mg/L}) \times \frac{\text{volume IC}}{\text{massa adsorben}} \frac{1000 \text{ L/mL}}{}$$

$$[IC]_{ads} (\text{mg/g}) = 27,560 \text{ mg/L} \times \frac{25 \text{ mL}}{0,05 \text{ gram}} \frac{1000 \text{ L/mL}}{}$$

$$[IC]_{ads} (\text{mg/g}) = 13,780 \text{ mg/g}$$

$$[IC]_{ads} (\text{mg/g}) = \frac{13,780 + 12,300 + 13,818}{3} (\text{mg/g}) = 13,300 \text{ mg/g}$$

**F. Penentuan Adsorpsi Larutan *Indigo Carmine* menggunakan Silika Gel dan SG-Al dengan Variasi Konsentrasi**

A. Silika Gel

Konsentrasi (ppm)	Pengenceran	Abs (610 nm)	[IC] Sisa (mg/L)	[IC] Sisa total (mg/L)	[IC] EqL (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/g)	Rerata
25	40	0,023	0,451	18,054	18,136		6,864		3,432	
	40	0,025	0,494	19,760	19,849	19,612	5,151	5,388	2,575	2,694
	40	0,026	0,519	20,757	20,851		4,149		2,075	
50	40	0,044	0,986	39,453	40,494		9,506		4,753	
	40	0,045	1,001	40,026	41,082	41,477	8,918	8,523	4,459	4,262
	40	0,047	1,044	41,754	42,855		7,145		3,572	
100	40	0,093	2,194	87,752	85,449		14,551		7,276	
	40	0,093	2,199	87,965	85,656	85,207	14,344	14,793	7,172	7,396
	40	0,092	2,170	86,795	84,517		15,483		7,742	
150	40	0,139	3,348	133,901	129,856		20,144		10,072	
	40	0,137	3,295	131,797	127,816	128,867	22,184	21,133	11,092	10,566
	40	0,138	3,324	132,945	128,929		21,071		10,535	
200	40	0,181	4,390	175,581	164,110		35,890		17,945	
	40	0,180	4,385	175,396	163,936	164,179	36,064	35,821	18,032	17,910
	40	0,181	4,400	175,990	164,492		35,508		17,975	
250	40	0,226	5,528	221,129	214,051		35,949		17,975	
	40	0,227	5,558	222,300	215,184	214,483	34,816	35,517	17,408	17,758
	40	0,226	5,532	221,299	214,215		35,785		17,893	
500	100	0,200	4,883	488,278	465,162		34,838		17,419	
	100	0,200	4,883	488,252	465,136	465,123	34,864	34,877	17,432	17,439
	100	0,200	4,882	488,182	465,070		34,930		17,465	

## B. Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

Konsentrasi (ppm)	Pengenceran	Abs (610 nm)	[IC] Sisa (mg/L)	[IC] Sisa total (mg/L)	[IC] Eq (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/L)	Rerata	[IC] ads (mg/g)	Rerata
25	40	0,019	0,359	14,378	14,443	14,168	10,557	10,832	5,279	5,416
	40	0,019	0,362	14,466	14,531		10,469		5,234	
	40	0,018	0,337	13,469	13,530		11,470		5,735	
50	40	0,042	0,921	36,834	37,805	36,822	12,195	13,178	6,097	6,589
	40	0,041	0,893	35,723	36,665		13,335		6,667	
	40	0,040	0,877	35,070	35,995		14,005		7,002	
100	40	0,081	1,897	75,900	73,907	74,110	26,093	25,890	13,046	12,945
	40	0,082	1,914	76,547	74,537		25,463		12,731	
	40	0,081	1,897	75,877	73,885		26,115		13,058	
150	40	0,110	2,636	105,445	102,260	101,956	47,740	48,044	23,870	24,022
	40	0,109	2,595	103,789	100,653		49,347		24,673	
	40	0,111	2,654	106,162	102,955		47,045		23,522	
200	40	0,153	3,709	148,356	138,664	137,340	61,336	62,660	30,668	31,330
	40	0,152	3,677	147,089	137,479		62,521		31,260	
	40	0,150	3,634	145,375	135,877		64,123		32,062	
250	40	0,199	4,854	194,174	187,958	188,229	62,042	61,771	31,021	30,885
	40	0,201	4,902	196,077	189,800		60,200		30,100	
	40	0,198	4,828	193,111	186,929		63,071		31,535	
500	100	0,190	4,617	461,711	439,853	438,503	60,147	61,497	30,074	30,748
	100	0,189	4,608	460,838	439,016		60,984		30,492	
	100	0,188	4,583	458,341	436,642		63,358		31,679	

Menggunakan persamaan garis lurus  $y = 0,04x + 0,005$ , di mana  $y$  = absorbansi,  $x$  =  $[IC]$  sisa (mg/L).

- Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$y \text{ (absorbansi)} = 0,04x + 0,005$$

$$0,023 - 0,005 = 0,04x$$

$$0,451 = x$$

$$0,451 \text{ mg/L} = [IC]\text{sisa}$$

$$\text{Total } [IC]\text{sisa} = [IC]\text{sisa} \times fp$$

$$\text{Total } [IC]\text{sisa} = 0,451 \text{ mg/L} \times 40$$

$$\text{Total } [IC]\text{sisa} = 18,054 \text{ mg/L}$$

- Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$1) [IC]_{eq} = \text{Total } [IC]\text{sisa} \times \frac{[IC]_{awal}}{[IC]_{asli}}$$

$$[IC]_{eq} = 18,054 \text{ mg/L} \times \frac{25,00 \text{ mg/L}}{24,887 \text{ mg/L}}$$

$$[IC]_{eq} = 18,136 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{eq} = \frac{18,136 + 19,849 + 20,851}{3} (\text{mg/L}) = 19,612 \text{ mg/L}$$

$$2) [IC]_{ads} = [IC]_{awal} - [IC]_{eq}$$

$$[IC]_{ads} = 25,00 \text{ mg/L} - 18,136 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{ads} = 6,864 \text{ mg/L}$$

$$[IC]_{ads} = \frac{6,864 + 5,151 + 4,149}{3} (\text{mg/L}) = 5,388 \text{ mg/L}$$

$$3) [IC]_{ads} (\text{mg/g}) = [IC]_{ads} (\text{mg/L}) \times \frac{\text{volume IC}}{\text{massa adsorben}} \frac{1000 \text{ L/mL}}{}$$

$$[IC]_{ads} (\text{mg/g}) = 6,864 \text{ mg/L} \times \frac{25 \text{ mL}}{\frac{1000 \text{ L/mL}}{0,05 \text{ gram}}}$$

$$[IC]_{ads} (\text{mg/g}) = 3,432 \text{ mg/g}$$

$$[\text{IC}]_{\text{ads}} \text{ (mg/g)} = \frac{3,432 + 2,575 + 2,075}{3} \text{ (mg/g)} = 2,694 \text{ mg/g}$$

- Perhitungan standart deviasi variasi pH sistem dan variasi konsentrasi pada SG dan SG-Al

$$\text{Standart Deviasi} = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n}$$

Keterangan

$X_i = [\text{IC}]_{\text{ads}}$  (mg/g)

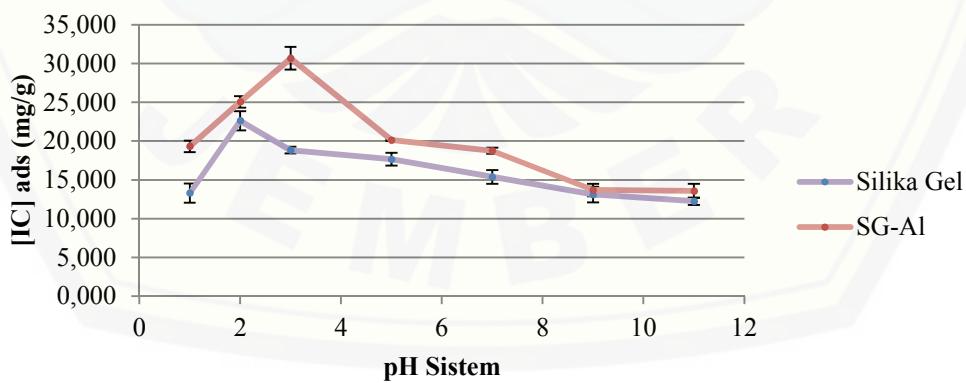
$\bar{x}$  = Rata-rata dari  $[\text{IC}]_{\text{ads}}$  (mg/g)

n = Jumlah pengulangan

- a) Variasi pH Sistem

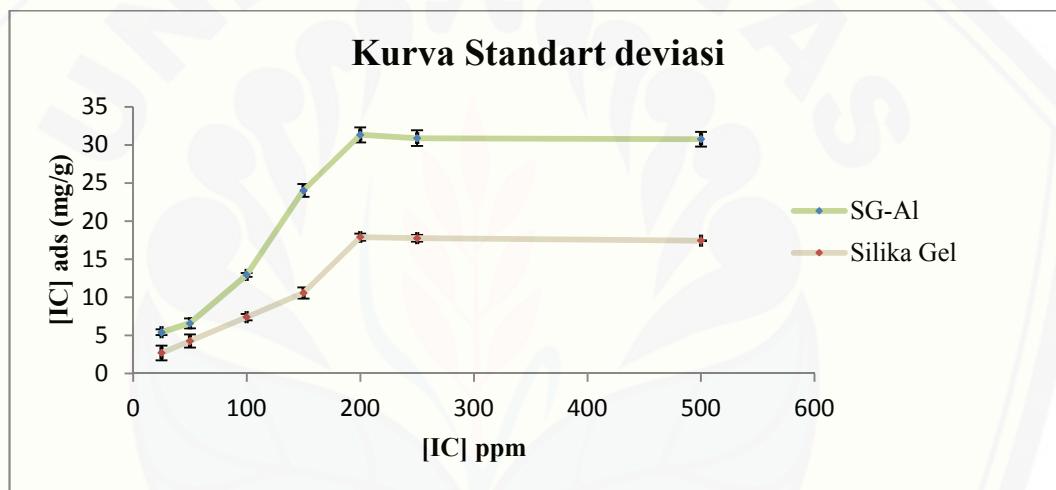
pH Sistem	[IC] ads Silika Gel	Std Dev	[IC]ads SG-Al	Std Dev
1	13,300	1,224	19,318	0,753
2	22,619	1,229	25,061	0,748
3	18,838	0,431	30,670	1,454
5	17,654	0,825	20,122	0,118
7	15,392	0,887	18,745	0,386
9	13,108	1,022	13,687	0,821
11	12,246	0,486	13,580	0,905

### Kurva Standart Deviasi Variasi pH Sistem



b) Variasi Konsentrasi

Variasi Konsentrasi	[IC] ads Silika Gel	Std Dev	[IC]ads SG-Al	Std Dev
25	2,694	0,971	5,416	0,392
50	4,262	0,869	6,589	0,647
100	7,396	0,429	12,945	0,262
150	10,566	0,722	24,022	0,835
200	17,91	0,460	31,33	0,989
250	17,758	0,433	30,885	1,028
500	17,439	0,031	30,748	0,967



### G. Efisiensi Adsorpsi Zat Warna *Indigo Carmine*

#### A. Silika Gel

➢ Konsentrasi 25 - 500 ppm

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \times 100\%$$

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = \frac{25,000 - 19,612}{25,000} \times 100\%$$

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = 21,552\%$$

$$\text{Rata-rata} = \frac{21,552\% + 17,046\% + 14,793\% + 14,089\% + 17,911\% + 13,962\% + 7,134\%}{7}$$

$$\text{Rata-rata} = 15,212\%$$

#### B. Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

- Konsentrasi 25 - 500 ppm

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \times 100\%$$

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = \frac{25,000 - 14,168}{25,000} \times 100\%$$

$$\text{Efisiensi Adsorpsi} = 43,328\%$$

$$\text{Rata-rata} = \frac{43,328\% + 26,356\% + 25,890\% + 32,029\% + 31,330\% + 24,708\% + 12,299\%}{7}$$

$$\text{Rata-rata} = 27,991\%$$

<b>Adsorben</b>		
<b>Silika Gel</b>	<b>SG-Al</b>	
15,212%	27,991%	

### H. Perhitungan Model Adsorpsi Langmuir dan Freundlich

#### A. Silika Gel

##### (1) Model Langmuir

- (a) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = \frac{[\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mg/L})}{\text{Mr IC}} \times \text{massa adsorben}$$

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = \frac{19,612 \text{ mg/L}}{466,36 \text{ g/mol}} \times 0,05 \text{ gram}$$

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = 2,103 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

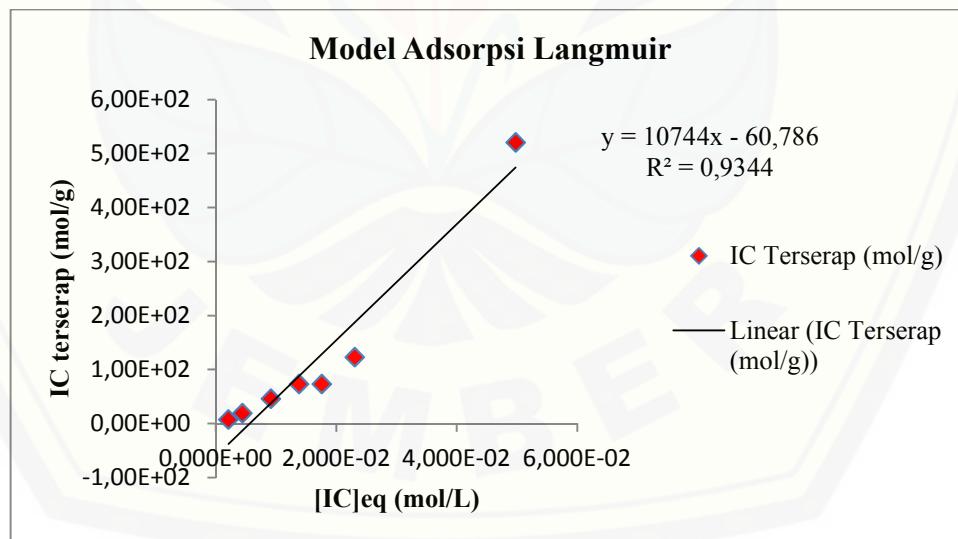
(b) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = \frac{[\text{IC}](\text{mol/L})}{\text{Volume MB}} \times [\text{IC}]_{\text{awal}} (\text{mg/L})$$

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = \frac{7,280 \text{ mol/L}}{0,025 \text{ L}} \times 0,025 \text{ g/mL}$$

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = 7,280 \text{ mol/g}$$

<b>[IC]eq (mol/L)</b>	<b>IC terserap (mol/g)</b>
2,103x10 <sup>-3</sup>	7,279
4,447x10 <sup>-3</sup>	19,465
9,135x10 <sup>-3</sup>	46,080
1,382x10 <sup>-2</sup>	73,175
1,760x10 <sup>-2</sup>	73,334
2,306x10 <sup>-2</sup>	123,248
4,978x10 <sup>-2</sup>	520,675



(2) Model Freundlich

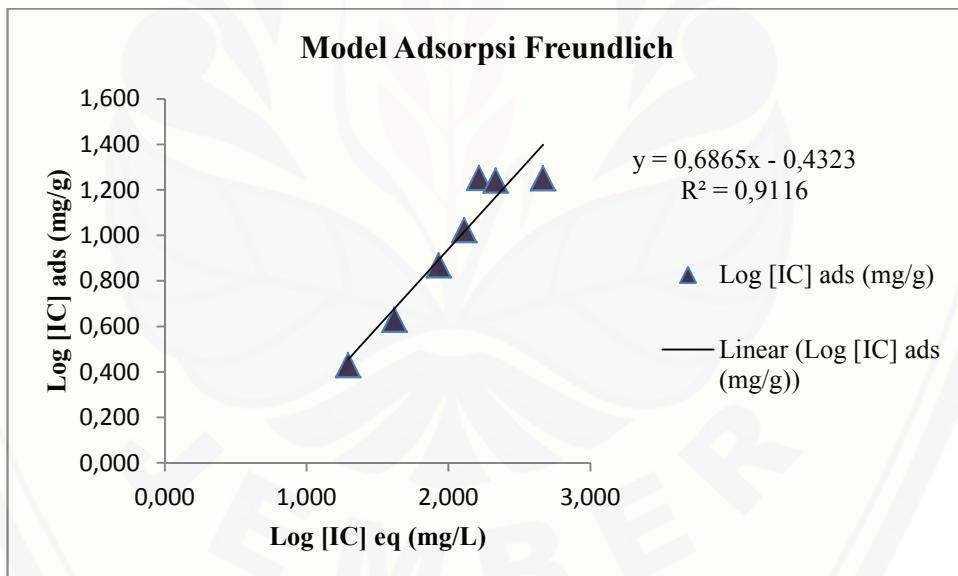
(a) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$\log([\text{IC}]_{\text{eq}}) = \log(19,612 \text{ mg/L}) = 1,293 \text{ mg/L}$$

(b) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$\log([IC]_{ads}) = \log(2,694 \text{ mg/g}) = 0,430 \text{ mg/g}$$

<b>log [IC]eq (mg/L)</b>	<b>log [IC]ads (mg/g)</b>
1.293	0.430
1.618	0.630
1.930	0.869
2.110	1.024
2.215	1.253
2.333	1.242
2.667	1.251



## B. Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

### (1) Model Langmuir

(a) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = \frac{[\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mg/L})}{\text{Mr IC}} \times \text{massa adsorben}$$

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = \frac{14,168 \text{ mg/L}}{466,36 \text{ g/mol}} \times 0,05 \text{ gram}$$

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} = 1,519 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

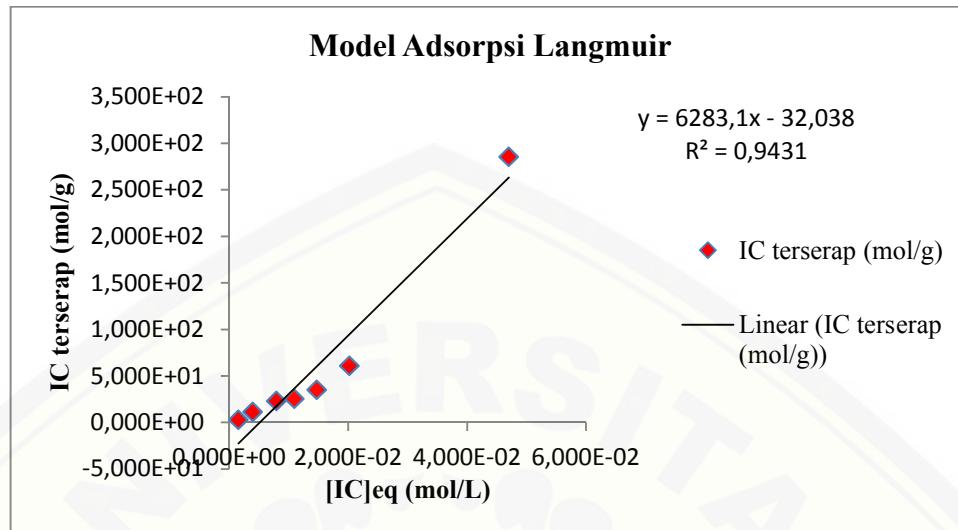
(b) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = \frac{[\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mol/L})}{\text{Volume IC}} \times [\text{IC}]_{\text{awal}} (\text{mg/L})$$

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = \frac{2,616 \text{ mol/L}}{0,025 \text{ L}} \times 0,025 \text{ mg/L}$$

$$[\text{IC}]_{\text{terserap}} = 2,616 \text{ mol/g}$$

<b>[\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mol/L})</b>	<b>[\text{IC}]_{\text{terserap}} (\text{mol/g})</b>
1,519x10 <sup>-3</sup>	2,616
3,948x10 <sup>-2</sup>	11,176
7,946x10 <sup>-3</sup>	22,899
1,093x10 <sup>-2</sup>	25,465
1,472x10 <sup>-2</sup>	35,069
2,018x10 <sup>-2</sup>	60,944
4,701x10 <sup>-2</sup>	285,222



## (2) Model Freundlich

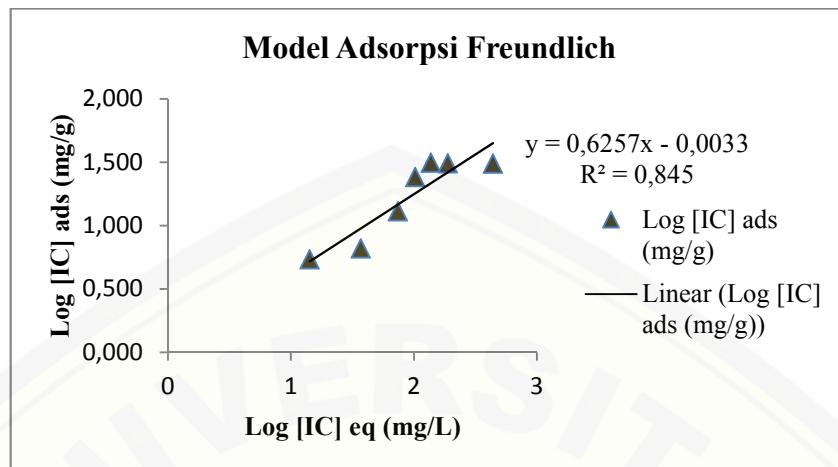
(a) Konsentrasi 25 ppm – 500 ppm

$$\log([IC]_{eq}) = \log(14,618 \text{ mg/L}) = 1,151 \text{ mg/L}$$

(b) Konsentrasi 25 ppm

$$\log([IC]_{ads}) = \log(5,416 \text{ mg/g}) = 0,734 \text{ mg/g}$$

<b>log [IC]eq (mg/L)</b>	<b>log [IC]ads (mg/g)</b>
1.151	0.734
1.566	0.819
1.870	1.112
2.008	1.381
2.138	1.496
2.275	1.490
2.642	1.488



### (3) Kapasitas Adsorpsi

#### (a) Silika Gel

- Konsentrasi 25 ppm - 500 ppm

$$\begin{aligned}
 [\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mg/L}) &= [\text{IC}]_{\text{Sisa total}} (\text{mg/L}) \times \frac{[\text{IC}]_{\text{awal}}}{[\text{IC}]_{\text{asli}}} \\
 &= 18,054 \text{ mg/L} \times \frac{25 \text{ mg/L}}{24,89 \text{ mg/L}} \\
 &= 19,612 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 [\text{IC}] (\text{g/L}) &= \frac{[\text{IC}]_{\text{eq}} (\text{mg/L})}{[\text{IC}]_{\text{ads}} (\text{mg/g})} \\
 &= \frac{19,612 \text{ mg/L}}{2,694 \text{ mg/g}} \\
 &= 7,280 \text{ g/L}
 \end{aligned}$$

- Persamaan Linearitas  $y = 0,0385x + 6,4506$

- Kapasitas adsorpsi ( $q_e$ ) =  $1/m$

$$\begin{aligned}
 &= 1/0,0385 \\
 &= 25,907 \text{ mg/g}
 \end{aligned}$$

## (b) Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

- Konsentrasi 25 ppm - 500 ppm

$$[\text{IC}]_{\text{eq}} \text{ (mg/L)} = [\text{IC}] \text{ Sisa total (mg/L)} \times \frac{[\text{IC}]_{\text{awal}}}{[\text{IC}]_{\text{asli}}}$$

$$= 14,378 \text{ mg/L} \times \frac{25 \text{ mg/L}}{24,89 \text{ mg/L}}$$

$$= 14,168 \text{ mg/L}$$

$$\Rightarrow [\text{IC}] \text{ (g/L)} = \frac{[\text{IC}]_{\text{eq}} \text{ (mg/L)}}{[\text{IC}]_{\text{ads}} \text{ (mg/g)}}$$

$$= \frac{\text{,}}{\text{,}} /$$

$$= 2,616 \text{ g/L}$$

- Persamaan Linearitas  $y = 0,0239x + 2,8235$

- Kapasitas adsorpsi ( $q_e$ ) =  $1 /$

$$= 1 / 0,0239$$

$$= 41,841 \text{ mg/g}$$

$$\text{Peningkatan kapasitas adsorpsi} = \frac{(q_e \text{ sg-al} - q_e \text{ silika gel}) \text{ mg/g}}{q_e \text{ silika gel (mg/g)}} \times 100\%$$

$$\text{Peningkatan kapasitas adsorpsi} = \frac{(41,841 - 25,907) \text{ mg/g}}{25,907 \text{ mg/g}} \times 100\% = 61,505\%$$

**Lampiran 2.** Gambar Proses Adsorpsi *Indigo Carmine* pada Adsorben Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium

- A. (a) Larutan standart *Indigo Carmine*, dan (b) Larutan awal *Indigo Carmine* sebelum proses adsorpsi dengan variasi konsentrasi (25 ppm – 200 ppm)



(a)



(b)

- B. (a) Adsorpsi *Indigo Carmine* dengan variasi konsentrasi (25 ppm – 500 ppm) pada adsorben silika gel (b) adsorben silika gel terimpregnasi aluminium



(a)



(b)

- C. (a) Adsorpsi *Indigo Carmine* dengan variasi pH sistem (pH 3-11) pada adsorben silika gel (b) Adsorpsi *Indigo Carmine* dengan variasi pH sistem (pH 3-11) pada adsorben silika gel



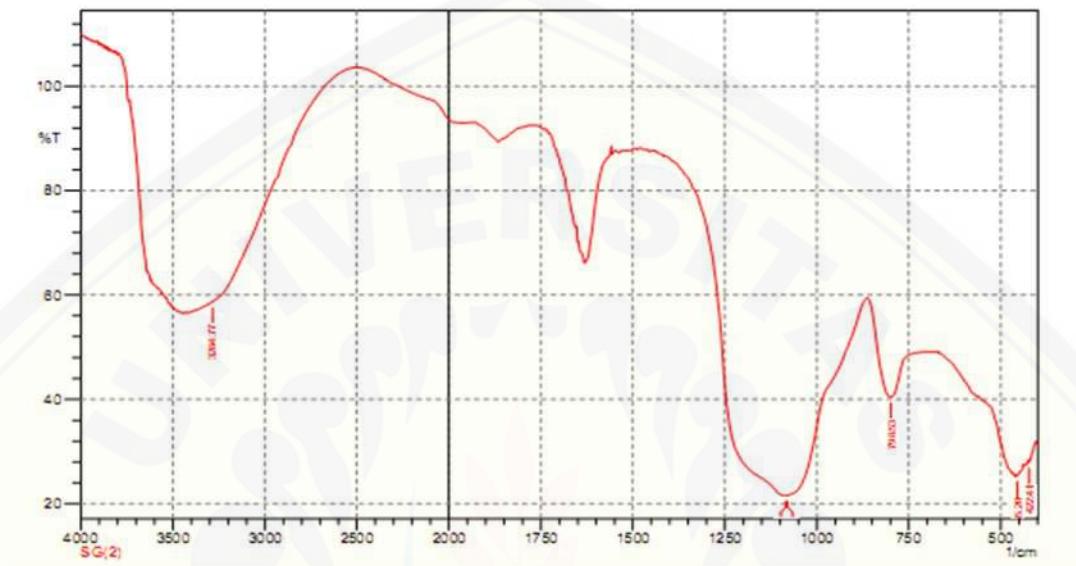
(a)



(b)

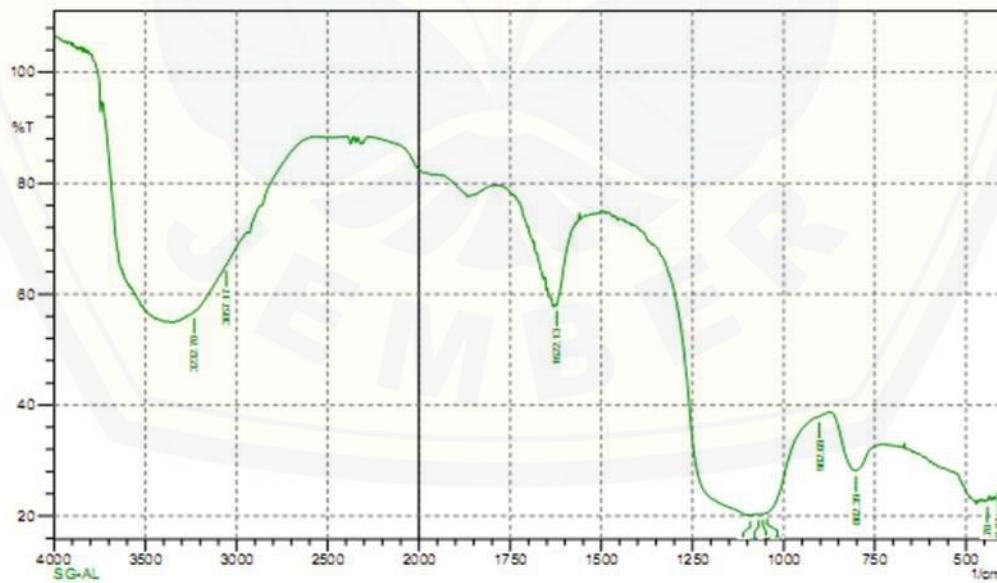
**Lampiran 3.** Hasil Analisis FTIR Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium Hasil Metode *Sol-Gel*

SHIMADZU



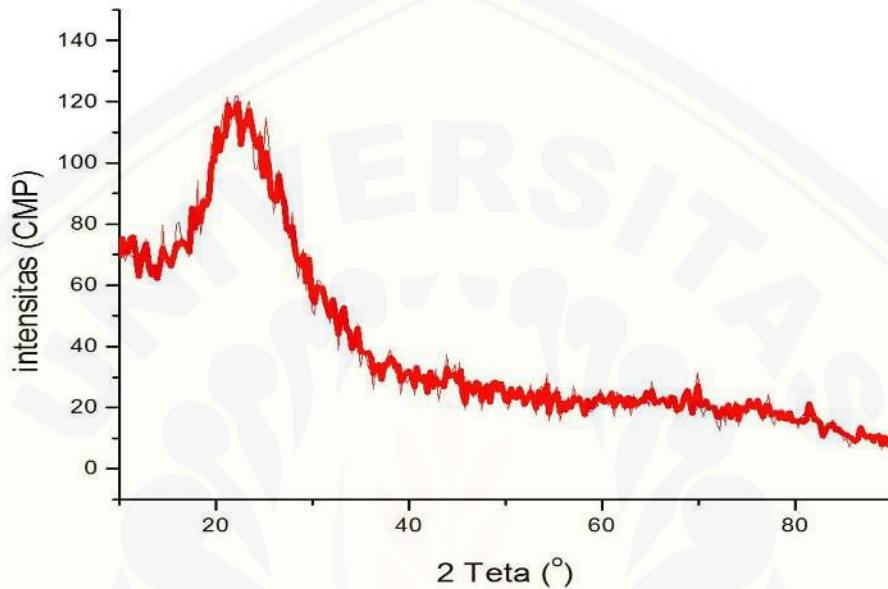
Hasil FTIR Silika Gel

SHIMADZU

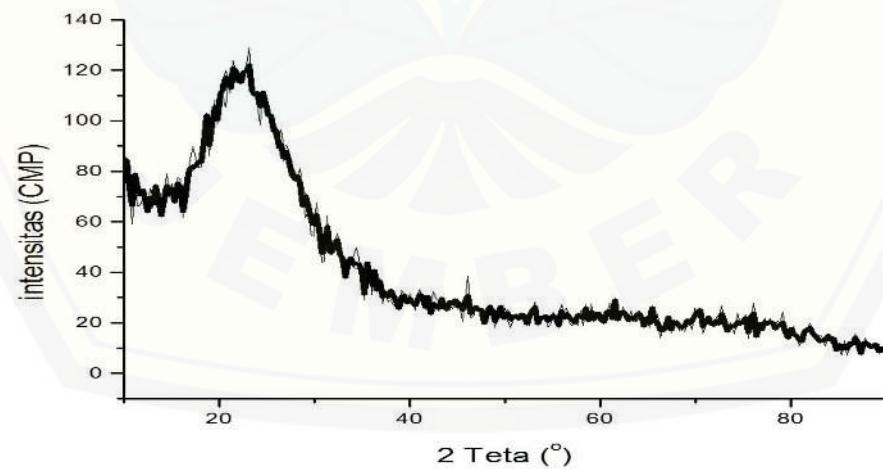


Hasil FTIR SG-Al

**Lampiran 4.** Hasil Analisis XRD Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium Hasil Metode *Sol-Gel*



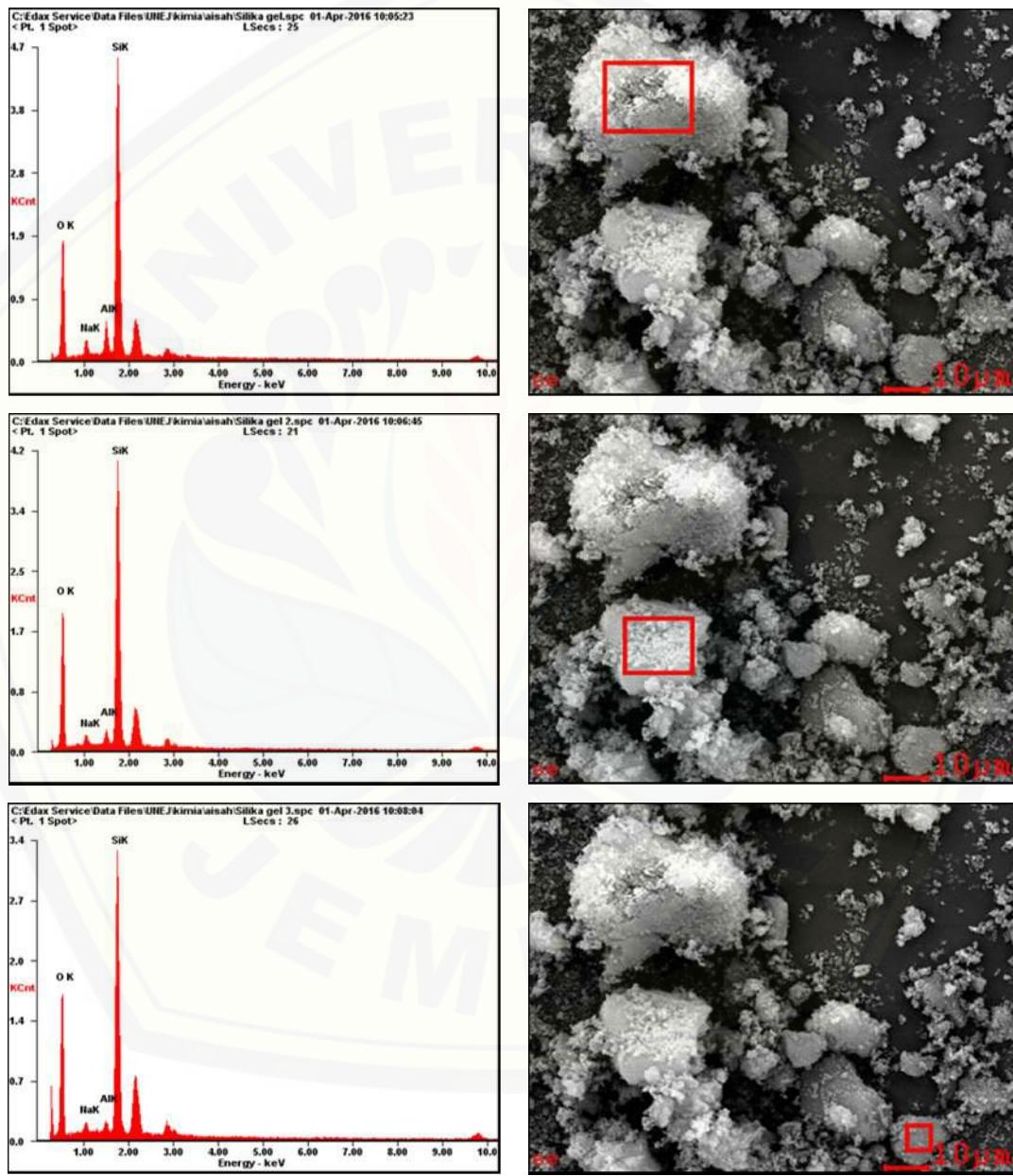
(a) Hasil XRD dari Silika Gel



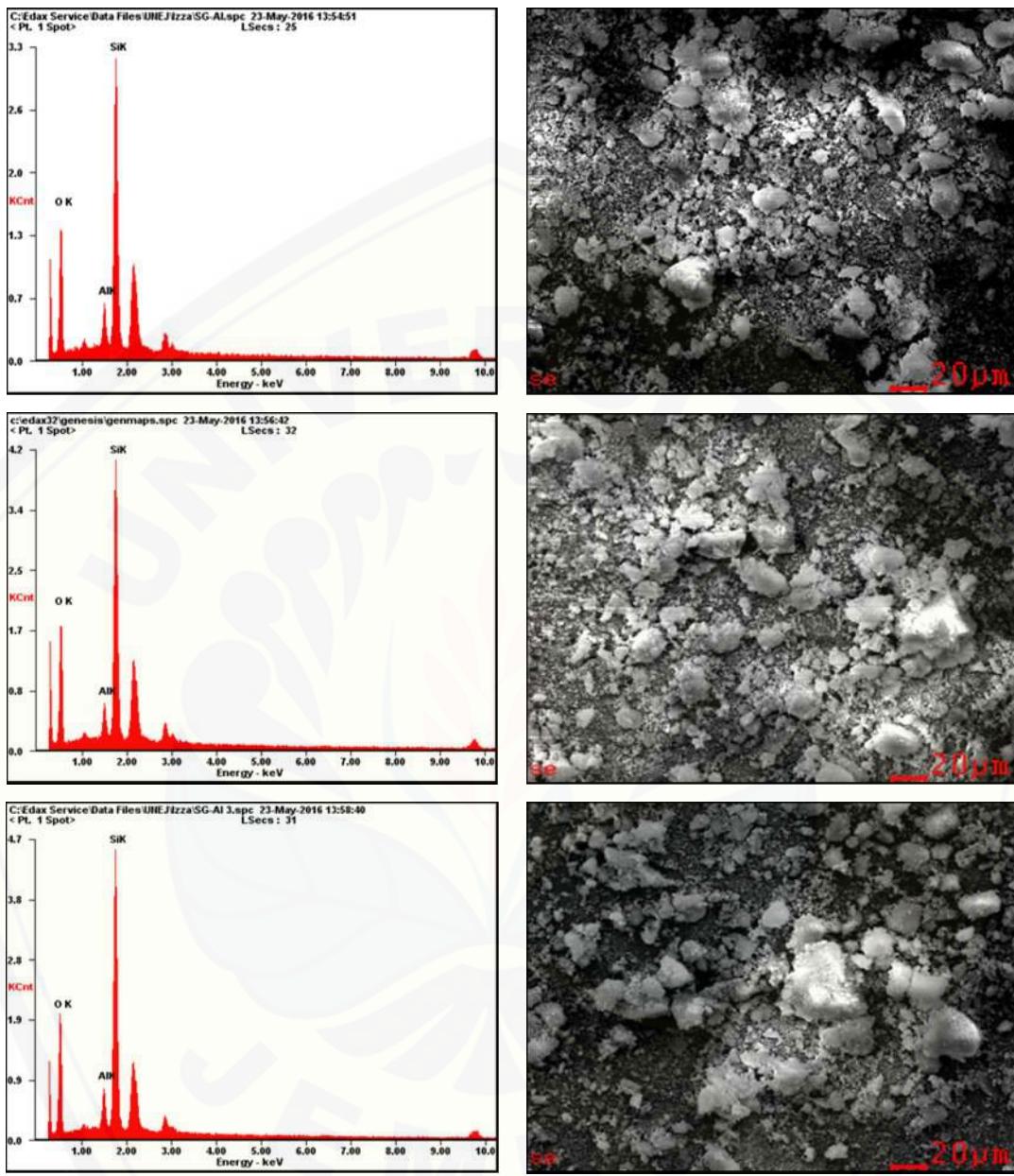
(b) Hasil XRD dari SG-Al

**Lampiran 5.** Hasil Analisis SEM-EDX Silika Gel dan Silika Gel Terimpregnasi Aluminium Hasil Metode *Sol-Gel*

5.1 (a) Gambar SEM pada Silika Gel dan (b) gambar SEM pada SG-Al dengan perbesaran 1000 kali – 80000 kali



(a)



(b)

5.2 (a) Hasil analisis EDX pada Silika Gel dan (b) Hasil analisis EDX pada SG-Al

Elemen	Wt%	Rata-rata
	46,20	
O	51,67	50,28
	52,96	
	44,93	
Si	42,91	43,21
	41,80	
	3,33	
Al	2,41	2,65
	2,22	
	3,80	
Na	3,01	3,27
	3,01	
(a)		

Elemen	Wt%	Rata-rata
	49,32	
O	49,61	49,10
	48,37	
	44,10	
Si	44,60	44,51
	44,82	
	6,57	
Al	5,79	6,39
	6,81	
(b)		