

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI (MCM-41)
SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA *REMAZOL BRILLIANT BLUE R***

MUHAMMAD SHABIR A. DILO

H031191100



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI (MCM-41)
SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA *REMAZOL BRILLIANT BLUE R***

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

Oleh

MUHAMMAD SHABIR A. DILO

H031191100



MAKASSAR

2023

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI (MCM-41) SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA *REMAZOL BRILLIANT BLUE R*

Disusun dan diajukan oleh:

MUHAMMAD SHABIR A. DILO

H031191100

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana
Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin

Pada tanggal 2 November 2023

dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

Menyetujui,

Pembimbing Utama



Prof. Paulina Taba, M.Phil., Ph.D
NIP. 19571115 198810 2 001

Pembimbing Pertama



Dr. St. Fauziah, M.Si
NIP. 19720202 199903 2 002

Ketua Departemen



Dr. St. Fauziah, M.Si
NIP. 19720202 199903 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Shabir A. Dilo
NIM : H031191100
Program Studi : Kimia
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-41) sebagai Adsorben Zat Warna *Remazol Brilliant Blue R*” adalah karya saya sendiri dan tidak melanggar hak cipta pihak lain. Apabila dikemudian hari terbukti bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah hasil karya orang lain yang saya pergunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 27 November 2023



Yang Menyatakan,

Muhammad Shabir A. Dilo

PRAKATA

Bismillahirrahmanirrahim

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kepada Allah SWT atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga skripsi penelitian dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-41) Sebagai Adsorben Zat Warna Remazol Brilliant Blue R**” dapat terselesaikan dengan baik.

Shalawat dan salam penulis kirimkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta para sahabat dan keluarga beliau yang telah memberikan tauladan dan inspirasi dalam menjalani kehidupan di dunia dan di akhirat. Sesungguhnya penyusunan skripsi ini tidak akan terselesaikan tanpa adanya bimbingan, bantuan dan kemurahan hati dari berbagai pihak. Oleh karena itu, disamping rasa syukur yang tak terhingga atas nikmat yang telah diberikan oleh Allah SWT penulis juga menyampaikan rasa terima kasih sedalam-dalamnya kepada Ibu **Prof. Paulina Taba, M.Phill., Ph.D** sebagai pembimbing utama dan Ibu **Dr. St. Fauziah, M.Si** sebagai pembimbing pertama yang telah memberikan ilmu dan senantiasa meluangkan waktu, tenaga dan pikiran serta turut memberikan pendampingan selama proses penyusunan dan penyelesaian skripsi ini. Penulis juga menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Ketua dan Sekretaris Departemen Kimia serta seluruh Dosen Kimia yang telah memberikan ilmunya kepada penulis dan Staf Departemen Kimia yang telah banyak membantu penulis.
2. Tim Penguji, ibu **Dr. Herlina Rasyid, S.Si** dan bapak **Syahrudin Kasim, S.Si., M.Si**, Terima kasih atas ilmu, bimbingan dan saran-saran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan dan penyelesaian skripsi ini.

3. Seluruh Analis Laboratorium yang membantu penulis dalam penelitian.
4. Orang tua penulis, ibu **Salmawaty H Karim S.Kep., Ns** dan bapak **Abdul Rasjid Usman Dilo S.Pd., M.Pd** yang selalu mendukung penulis dalam menyelesaikan pendidikan ini.
5. Untuk teman-teman penulis **Alif Faturrahman S.Si** dan **Mahdis Mahfud** yang selalu menemani dan kebersamaan dalam menyelesaikan penelitian.
6. Rekan-rekan **Peneliti Kimia Fisik**.
7. Teman-teman **Kimia 2019** dan kakak-kakak Kimia yang telah membimbing dan mendampingi dalam menyelesaikan penelitian
8. Serta ucapan terima kasih kepada pihak-pihak lain yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung, yang tidak sempat kami sebutkan satu per satu atas segala kebaikan yang telah diberikan oleh berbagai pihak, penulis mengucapkan banyak terima kasih. Semoga Tuhan membalasnya.

Penulis sadar bahwa masih banyak kekurangan dan ketidaksempurnaan skripsi ini, maka penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dalam perbaikan dan penyempurnaannya. Akhir kata penulis berharap semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan, dapat diterapkan dalam dunia industri, bermanfaat bagi semua pihak dan semoga selalu dalam lindungan Allah SWT.

Makassar, 2023

Penulis

ABSTRAK

Industri tekstil menghasilkan limbah cair yang mengandung zat warna seperti *remazol brilliant blue R* (RBBR). Zat warna ini berbahaya karena bersifat toksik dan sulit didegradasi jika masuk ke perairan. Metode adsorpsi digunakan untuk menghilangkan zat warna. Salah satu adsorben yang memiliki kemampuan yang baik dalam mengadsorpsi zat warna adalah silika mesopori (MCM-41). Silika mesopori (MCM-41) berhasil disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal. Hasil XRD menunjukkan bahwa material yang disintesis memiliki karakteristik untuk MCM-41. Spektra FTIR hasil sintesis menunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang yang sama dengan material MCM-41 yang telah dilaporkan. Morfologi permukaan oleh kedua adsorben berbentuk bola memanjang, sesuai dengan karakteristik material MCM-41 yang telah dilaporkan. Data adsorpsi-desorpsi N₂ menunjukkan bahwa MCM-41-C memiliki luas permukaan, volume pori, dan diameter pori yang lebih besar daripada MCM-41-TC. Kapasitas adsorpsi RBBR oleh MCM-41-TC sebesar 242,1875 mg/g sedangkan MCM-41-C hanya mampu mengadsorpsi RBBR sebesar 209,375 mg/g. Kedua adsorben mengikuti kinetika adsorpsi orde dua semu dan isoterm adsorpsi Langmuir. Adsorpsi MCM-41-TC dan MCM-41-C dipengaruhi oleh gugus silanol (Si-OH) dan gugus amonium yang berasal dari larutan surfaktan STAK.

Kata Kunci : Sintesis, mesopori silika, MCM-41, adsorpsi, *remazol brilliant blue R*, kapasitas adsorpsi, isoterm adsorpsi, kinetika adsorpsi.

ABSTRACT

The textile industry produces liquid waste containing dyes such as remazol brilliant blue R (RBBR). This dye is dangerous because it is toxic and difficult to degrade if it enters the water. The adsorption method is used to remove the dye. One of the adsorbents that have a good ability to adsorb dyes is mesoporous silica (MCM-41). Mesoporous silica (MCM-41) was successfully synthesized using the hydrothermal method. The XRD results show that the synthesized material has characteristics for MCM-41. The synthesized FTIR spectra show absorption bands at the same wavenumber as the reported MCM-41 material. The surface morphology of the two adsorbents was in the form of an elongated ball, in accordance with the characteristics of the MCM-41 material that has been reported. Adsorption-desorption N_2 data shows that MCM-41-W has a larger surface area, pore volume and pore diameter than MCM-41-UW. The adsorption capacity of RBBR by MCM-41-UW is 242.1875 mg/g while MCM-41-W is only able to adsorb RBBR of 209.375 mg/g. Both adsorbents follow pseudo second order adsorption kinetics and langmuir adsorption isotherm. The adsorption of MCM-41-UW and MCM-41-W was influenced by silanol groups (Si-OH) and ammonium groups derived from CTAC surfactant solution.

Keywords : Synthesis, silica mesoporous, MCM-41, adsorption, remazol brilliant blue R, adsorption capacity, adsorption isotherm, adsorption kinetics.

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	5
1.3.1 Maksud Penelitian.....	5
1.3.2 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Zat Warna <i>Remazol Brilliant Blue R</i> (RBBR).....	7
2.2 Adsorpsi.....	8
2.2.1 Kinetik Adsorpsi.....	9
2.2.2 Isoterm Adsorpsi.....	10
2.3 Silika Mesopori (MCM-41).....	12
2.3.1 Sintesis MCM-41.....	12

2.3.2 Karakterisasi MCM-41.....	14
BAB III METODE PENELITIAN.....	19
3.1 Bahan Penelitian.....	19
3.2 Alat Penelitian.....	19
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian.....	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
3.4.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-41.....	20
3.4.2 Karakterisasi MCM-41.....	21
3.4.3 Pembuatan Larutan Induk RBBR 1000 ppm.....	21
3.4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	22
3.4.5 Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Zat Warna RBBR.....	22
3.4.6 Penentuan Waktu Optimum dan Kinetika Adsorpsi.....	22
3.4.7 Penentuan Kapasitas Adsorpsi.....	22
3.4.8 Desorpsi Zat Warna RBBR.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	24
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori MCM-41.....	24
4.1.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD) MCM-41.....	24
4.1.2 Hasil Karakterisasi FTIR MCM-41.....	25
4.1.3 Hasil Karakterisasi SEM Terhadap MCM-41.....	27
4.1.4 Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N ₂	27
4.1.5 Pengaruh Waktu Kontak.....	29
4.1.6 Studi Kinetika Adsorpsi Zat Warna RBBR oleh MCM-41...	30
4.1.7 Kapasitas Adsorpsi RBBR oleh Material MCM-41.....	32
4.1.8 Desorpsi Zat Warna RBBR oleh Adsorben MCM-41.....	40

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	42
5.1 Kesimpulan.....	42
5.2 Saran.....	42
DAFTAR PUSTAKA.....	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kimia RBBR.....	8
2. Mekanisme pembentukan MCM-41.....	14
3. Difraktogram MCM-41: (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi.....	15
4. Spektrum inframerah MCM-41.....	16
5. Morfologi SEM dari MCM-41: (a) perbesaran rendah dan (b) perbesaran tinggi.....	18
6. Pola difraksi sinar-X dari MCM-41-TC dan MCM-41-C.....	25
7. Spektrum FTIR MCM-41-TC dan MCM-41-C.....	26
8. Tipikal morfologi (a) MCM-41-TC dan (b) MCM-41-C.....	27
9. Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂	28
10. Jumlah RBBR yang diadsorpsi Vs waktu kontak.....	29
11. Kinetika orde satu semu adsorpsi RBBR oleh material MCM-41...	30
12. Kinetika orde dua semu adsorpsi RBBR oleh material MCM-41....	30
13. Isoterm adsorpsi RBBR oleh material MCM-41.....	32
14. Kurva isothermal Langmuir RBBR persamaan linear.....	33
15. Kurva isothermal Freundlich RBBR persamaan linear.....	34
16. Kurva isothermal Sips RBBR persamaan linear.....	34
17. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich dan Sips dari persamaan non-linear (program solver) pada RBBR menggunakan adsorben MCM-41-TC.....	35
18. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich dan Sips dari persamaan non-linear (program solver) pada RBBR menggunakan adsorben MCM-41-C.....	35
19. Spektrum FTIR (a) MCM-41-TC, (b) RBBR dan	37

(c) MCM-41-TC+RBBR.....	
20. Spektrum FTIR (a) MCM-41-C, (b) RBBR dan (c) MCM-41-C+RBBR.....	38
21. Ilustrasi interaksi antara adsorben dan zat warna RBBR.....	40
22. Desorpsi zat warna RBBR.....	41

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Luas permukaan dan pori material hasil sintesis.....	28
2. Perbandingan konstanta orde satu semu dan orde dua semu adsorpsi zat warna RBBR oleh MCM-41-TC dan MCM-41-C.....	31
3. Perbandingan jumlah RBBR yang diadsorpsi.....	33
4. Parameter isoterm adsorpsi zat warna RBBR oleh MCM-41 TC dan MCM-41-C dari persamaan linear.....	39
5. Parameter isoterm adsorpsi zat warna RBBR oleh MCM-41-TC dan MCM-41-C dari persamaan non-linear (program solver)	39

DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN

Simbol/Singkatan	Arti
C_e	konsentrasi kesetimbangan fase air dari adsorbat
MCM-41	Mobil Composition of Matter number 41
MCM-48	Mobil Composition of Matter number 48
MCM-50	Mobil Composition of Matter number 50
Q_o	kapasitas adsorpsi lapisan tunggal
q_e	jumlah mg zat warna RBBR yang diadsorpsi per gram adsorben
STAK	setiltrimetilamonium klorida
RBBR	<i>remazol brilliant blue R</i>
TC	tanpa cuci
C	cuci

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri tekstil dan produk tekstil terus memberikan kontribusi yang besar terhadap perekonomian nasional sebagai jaring pengaman sosial dan penghasil devisa. Industri tersebut mampu menyerap tenaga kerja sebanyak 3,65 juta orang atau mencapai 18,79% dari total pekerja di sektor industri manufaktur. Sebagai salah satu sektor prioritas, industri tekstil di Indonesia diarahkan untuk menjadi pemimpin dalam produksi pakaian skala nasional (Kementrian Perindustrian Republik Indonesia, 2022).

Industri tekstil Indonesia berkembang semakin pesat untuk memenuhi kebutuhan sandang masyarakat. Namun, keberadaan industri tekstil yang banyak di Indonesia tidak diimbangi dengan pengolahan limbah yang baik dan benar (Naimah dkk., 2014). Industri tekstil tidak banyak menghasilkan limbah padat, tetapi limbah yang lebih banyak dihasilkan yaitu limbah cair yang mengandung pewarna atau zat warna. Pada konsentrasi dan kuantitas tertentu, limbah dapat berdampak negatif terhadap lingkungan dan juga bagi manusia (Enrico, 2019).

Air limbah yang dihasilkan oleh industri tekstil mengandung bahan pencemar organik (Nugroho dan Ikbali, 2005). Zat warna yang digunakan industri tekstil biasanya mengandung senyawa organik yang sulit didegradasi secara biologis (Fayazi dkk., 2016). Zat warna tekstil merupakan bahan kimia yang memiliki struktur cincin aromatis dan cincin heteroatom, seperti azo, diazo, benzidin dan antrakuinon yang kompleks dan stabil sehingga menyebabkan komponen ini sulit didegradasi dan bersifat toksik (Buthelezi dkk., 2012). Zat warna sintesis banyak digunakan dalam industri tekstil karena terikat kuat pada kain yang menjadikan kain tidak mudah pudar (Fayazi dkk., 2016).

Salah satu bahan pewarna sintetik yang banyak digunakan di industri tekstil adalah *remazol brilliant blue R* (RBBR). Zat warna ini mampu memberikan warna yang cerah dalam serat kain dan tidak mudah luntur, sehingga banyak digunakan dalam industri tekstil (Hidayati dkk., 2016).

Pengolahan limbah zat warna menjadi sulit karena struktur aromatik pada zat warna sulit terdegradasi serta dapat mengganggu estetika badan perairan (Sa'adah dkk., 2013). Sebagian besar zat warna bersifat stabil dan tahan terhadap biodegradasi karena struktur molekulnya yang kompleks. Oleh sebab itu, zat warna sangat sulit untuk dihilangkan dari air limbah dengan metode degradasi kimia atau biologis. Oleh karena itu, diperlukan cara yang efisien untuk menghilangkan zat warna tersebut (Shi dkk., 2016). Beberapa cara atau metode digunakan untuk menghilangkan zat warna seperti, adsorpsi (Tan dkk., 2008), degradasi fisik dan kimia (Sanghi dan Bhattacharya, 2002), degradasi elektrokimia (Schliephake dkk., 2000), dan ozonisasi (Papic dkk., 2000). Adsorpsi dianggap efisien dan efektif untuk menghilangkan zat warna karena metodenya mudah, murah, dan hemat waktu (Shi dkk., 2016).

Adsorpsi adalah pelekatan partikel ke permukaan padat, sedangkan desorpsi adalah proses kebalikannya. Substansi yang dijerap adalah adsorbat dan bahan yang menyerap disebut adsorben atau substrat. Molekul dan atom dapat menempel pada permukaan dengan dua cara, adsorpsi secara fisika (*physisorption*) dan adsorpsi secara kimia (*chemisorption*) (Atkins dkk., 2018).

Berbagai adsorben dapat digunakan untuk adsorpsi zat warna. Parimelazhagan dkk. (2022) menggunakan karbon aktif dalam mengadsorpsi zat warna RBBR. Hasil penelitian ini menunjukkan kapasitas adsorpsi sebesar 54,38 mg/g. Karbon aktif adalah bahan yang paling sering digunakan sebagai

adsorben. Karbon aktif memiliki struktur yang berbeda-beda, terbentuk oleh beragam mikropori, mesopori, dan makropori. Ketidakseragaman ini membuat keefektifannya berkurang. Berdasarkan hal tersebut, penelitian terhadap material berpori dengan diameter seragam semakin meningkat (Wibowo, 2004). Senyawa MCM (*Mobil Composition of Matter*) merupakan suatu jenis material yang relatif baru yang mempunyai struktur mesopori dan diameter seragam. Material ini ditemukan oleh ilmuwan dari *Mobil Oil Company* pada awal tahun 1992 (Kresge dkk., 1992; Beck dkk., 1992). Pada awal 1990-an, para ilmuwan berhasil mensintesis bahan silika mesopori yang disebut kelompok M41S. Istilah M41S digunakan untuk mengklasifikasikan berbagai jenis MCM (*Mobil Composition of Matter*). Jenis dari kelompok ini antara lain MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 (Solanki dan Patel, 2019). MCM-41 merupakan tipe yang paling banyak dipelajari karena memiliki struktur heksagonal yang teratur, luas permukaan spesifik yang besar, stabilitas termal yang baik, dan mudah diperoleh dibandingkan dengan tipe M41S lainnya (Costa dkk., 2020), (Pham dkk., 2020). Berdasarkan hal tersebut, MCM-41 memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik.

Penelitian Akpotu dan Moodley, (2016) menggunakan MCM-41 sebagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna metilen biru (MB), malasit hijau (MH), dan *brilliant green* (BG). Hasil penelitian ini menunjukkan kapasitas adsorpsi maksimum untuk zat warna MB sebesar 89,3 mg/g, kapasitas adsorpsi maksimum untuk zat warna MH sebesar 126 mg/g, dan kapasitas adsorpsi maksimum untuk zat warna BG sebesar 128 mg/g. Penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa MCM-41 memiliki kapasitas adsorpsi yang besar sehingga sangat potensial dimanfaatkan sebagai adsorben dalam mengatasi permasalahan pencemaran zat warna di lingkungan.

Pada proses sintesis material mesopori, ada beberapa hal yang menentukan keberhasilan dan kualitas dari material yang dihasilkan. Salah satu faktor yang sangat mempengaruhi yaitu penggunaan surfaktan (agen pengarah struktur/pembentuk pori). Penggunaan surfaktan dalam proses sintesis berpengaruh terhadap ukuran pori yang terbentuk (Wulandari, 2016). Berdasarkan pada beberapa literatur, penghilangan molekul pengarah struktur (templat) digolongkan menjadi dua cara. Penghilangan templat secara fisika dan penghilangan templat secara kimia. Penghilangan templat secara fisika yaitu kalsinasi, *supercritical fluid*, *ozone treatment*, *microwave-assisted treatment*, *ultrasonic-assisted treatment*, dan *plasma technology*. Penghilangan templat secara kimia yaitu ekstraksi pelarut, oksidasi kimia, dan *ionic liquid (IL) treatment* (Ghaedi dan Zhao, 2022).

Templat dapat mempengaruhi daya adsorpsi MCM-41. Penelitian Boukoussa dkk., (2013) menunjukkan bahwa MCM-41 sebelum kalsinasi dapat mengadsorpsi *yellow dye* (YD) sebesar 44,563 mg/g. Sedangkan MCM-41 setelah kalsinasi dapat mengadsorpsi *yellow dye* (YD) sebesar 37,435 mg/g.

Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan silika mesopori (MCM-41) sebagai adsorben zat warna *remazol brilliant blue R*. Penelitian ini dilakukan dengan menguji kapasitas adsorpsi MCM-41 dengan cuci dan tanpa cuci terhadap templat setiltrimetilamonium klorida (CTAC). Adsorpsi dilakukan sebagai fungsi waktu dan konsentrasi, serta isothermal adsorpsi akan dipelajari menggunakan model Langmuir, Freundlich dan Sips.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. bagaimana hasil karakterisasi MCM-41 setelah cuci (MCM-41-C) dan tanpa cuci (MCM-41-TC) terhadap templat CTAC?
2. berapa waktu kontak optimum adsorpsi RBBR oleh MCM-41?
3. bagaimana kinetika adsorpsi RBBR oleh MCM-41?
4. isothermal apakah yang berlaku pada adsorpsi RBBR oleh MCM-41?
5. berapakah kapasitas adsorpsi RBBR oleh MCM-41?
6. gugus apa yang berperan dalam proses adsorpsi RBBR oleh MCM-41?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud penelitian

Penelitian ini dimaksudkan untuk mempelajari dan menganalisis kemampuan mesopori silika (MCM-41) setelah cuci (MCM-41-C) dan tanpa cuci (MCM-41-TC) terhadap templat melalui metode pencucian menggunakan larutan HCl-etanol dalam adsorpsi zat warna RBBR.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini ialah:

1. menganalisis hasil karakterisasi MCM-41 setelah cuci (MCM-41-C) dan tanpa cuci (MCM-41-TC) terhadap templat
2. menentukan waktu kontak optimum adsorpsi RBBR oleh MCM-41
3. menganalisis kinetika adsorpsi RBBR oleh MCM-41
4. menentukan isothermal apakah yang berlaku pada adsorpsi RBBR oleh MCM-41
5. menentukan kapasitas adsorpsi RBBR oleh adsorben MCM-41
6. menganalisis gugus apa yang berperan dalam proses adsorpsi RBBR oleh MCM-41

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat menjadi rujukan dalam penanganan limbah khususnya zat warna dalam air serta diharapkan hasil data informasi tentang adsorpsi MCM-41 setelah cuci (MCM-41-C) dan tanpa cuci (MCM-41-TC) terhadap templat dapat berguna bagi penelitian yang akan datang.

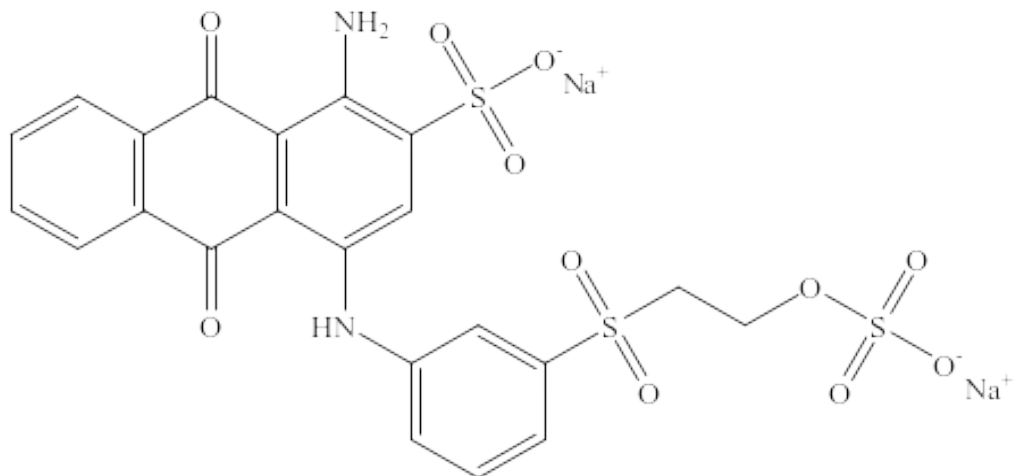
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna *Remazol Brilliant Blue R* (RBBR)

Zat warna sintetik merupakan bahan kimia yang memiliki struktur cincin aromatis dan cincin heteroatom (Buthelezi dkk., 2012). Zat warna sintetik banyak digunakan dalam industri tekstil karena terikat kuat pada kain sehingga tidak mudah pudar (Fayazi dkk., 2016). Beberapa jenis zat warna sintetik termasuk azo, diazo, benzidin dan antraquinon yang bersifat stabil sehingga zat warna sulit didegradasi dan bersifat toksik (Buthelezi dkk., 2012). Zat warna antrakuinon adalah pewarna kedua terbanyak yang digunakan setelah zat warna azo karena harganya yang murah, aksesibilitas yang mudah, dan kinerja pewarnaan yang baik. Zat warna antrakuinon memiliki struktur yang kompleks dan stabil tetapi lebih beracun bagi mikroorganisme dan sel manusia dibandingkan pewarna azo (Novotný dkk., 2006). Antrakuinon muncul sebagai zat warna alami di alam, terdiri atas cincin benzena dengan gugus hidroksil (fenol). Fenol sangat tahan terhadap oksidasi karena terikat pada inti aromatik. Apabila formasi dari gugus karbonil teroksidasi akan menyebabkan hilangnya stabilitas aromatis (Murugesan dkk., 2007).

Zat warna RBBR (Gambar 1) termasuk ke dalam zat warna antraquinon (Mafra dkk., 2013). Zat warna *remazol brilliant blue R* merupakan senyawa yang unsur pembentuknya dari kuinon yang umum ditemukan di semua organisme. Zat warna RBBR banyak digunakan sebagai pewarna tekstil karena gugus fungsi yang terdapat pada molekul zat warna RBBR mampu terikat kuat pada serat tekstil (Mafra dkk., 2013). Struktur RBBR dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur kimia RBBR (Mafra dkk., 2013).

2.2 Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses pemisahan dimana komponen tertentu dari suatu fase fluida berpindah ke permukaan zat padat yang menjerap (Asip dkk., 2008). Substansi yang diserap adalah adsorbat dan bahan yang menyerap disebut adsorben atau substrat (Atkins dkk., 2018). Adsorpsi adalah proses perpindahan massa komponen tertentu ke permukaan adsorben. Perpindahan massa yang terjadi melalui batas antara dua fasa yaitu gas-padat, cair-padat. Adsorpsi dapat terjadi karena adanya energi permukaan dan gaya tarik-menarik permukaan.

Sifat dari masing-masing permukaan berbeda, bergantung pada susunan dalam molekul-molekul zat. Setiap molekul bagian dalam dikelilingi oleh molekul-molekul lainnya, sehingga gaya tarik menarik antar molekul akan sama besar, setimbang ke segala bagian. Sedangkan molekul di permukaan hanya mempunyai gaya tarik ke arah dalam (Asip dkk., 2008). Ada dua metode adsorpsi yaitu adsorpsi secara fisika (fisisorpsi) dan adsorpsi secara kimia (kemisorpsi). Pada proses adsorpsi secara fisika, gaya yang mengikat adsorbat oleh adsorben adalah gaya-gaya van der Waals. Adsorpsi secara kimia terjadi karena adanya

interaksi antara sisi aktif adsorben dengan zat teradsorpsi dan interaksi hanya terjadi pada lapisan penyerapan tunggal (monolayer adsorption) permukaan dinding sel adsorben (Anggriani dkk., 2021).

Beberapa faktor berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsi suatu bahan. Faktor-faktor tersebut antara lain adalah luas permukaan, ukuran pori, ukuran molekul, polaritas molekul, komposisi kimia, pH, temperatur, dan lama waktu adsorpsi. Jumlah zat yang dapat di adsorpsi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (1):

$$q_t = \frac{(C_o - C_t) \cdot V}{m} \quad (1)$$

Notasi q_t merupakan kapasitas adsorpsi dalam waktu t (mg adsorbat/g adsorben), C_o konsentrasi logam (mg/L), C_t konsentrasi larutan setelah adsorpsi (mg/L), V volume sampel (L) dan m massa adsorben (g) (Anggriani dkk., 2021).

2.2.1 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi merupakan bagian dari adsorpsi yang membahas tentang laju adsorpsi dari suatu adsorben terhadap adsorbat sehingga kinetika adsorpsi memiliki persamaan untuk menentukan konstanta laju dari adsorpsi. Studi adsorpsi, persamaan kinetika yang sering digunakan adalah *pseudo first order* dan *pseudo second order*. *Pseudo first order* mengansumsikan bahwa konsentrasi adsorbat berlebih dibandingkan jumlah sisi aktif yang tersedia pada permukaan adsorben. Menurut Yahaya dkk. (2011), persamaan umum untuk *pseudo first order* dinyatakan pada persamaan (2) dan persamaan liniernya diberikan pada persamaan (3)

$$\frac{d_{qt}}{dt} = k (q_e - q_t) \quad (2)$$

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k t \quad (3)$$

Data $\ln(q_e - q_t)$ diplotkan terhadap t sehingga didapatkan nilai k , $q_{e \text{ calc}}$ dan nilai koefisien korelasi (R^2). Untuk mendapatkan nilai q_t digunakan persamaan (1)

Menurut Ho dkk. (2000), kinetika *pseudo second order* mengasumsikan bahwa kapasitas adsorpsi berbanding lurus dengan jumlah situs aktif dari adsorben, dinyatakan dalam persamaan (7) yang diturunkan dari persamaan (4), (5) dan (6)

$$\frac{d_{qt}}{dt} = k (q_e - q_t)^2 \quad (4)$$

$$\frac{d_{qt}}{(q_e - q_t)^2} = k \quad (5)$$

$$q_t = \frac{t}{\left(\frac{1}{k q_e^2}\right) + \frac{t}{q_e}} \quad (6)$$

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

Data t/q_t diplotkan terhadap t untuk memperoleh nilai k , q_e , dan nilai koefisien korelasi (R^2)

2.2.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi adalah proses adsorpsi yang berlangsung pada temperatur tetap. Model isoterm adsorpsi yang paling umum dan banyak digunakan dalam adsorpsi adalah model isoterm Langmuir dan model isoterm Freundlich (Hafiyah, 2013).

Isoterm Freundlich, digunakan untuk mengevaluasi adsorpsi adsorbat dengan adsorben dan dinyatakan pada persamaan (8) yang bentuk liniernya diberikan pada persamaan (9):

$$q_e = K_F \cdot C_e^{\frac{1}{n}} \quad (8)$$

Notasi q_e merupakan jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben (mg/g). C_e adalah konsentrasi zat terlarut dalam larutan setelah terjadi kesetimbangan adsorpsi. Notasi K_F dan n menunjukkan kapasitas adsorpsi dan intensitas adsorpsi.

$$\log q_e = \log K_F + 1/n \log C_e \quad (9)$$

Persamaan ini mengungkapkan bahwa bila suatu proses adsorpsi mengikuti isoterm Freundlich maka $\log q_e$ terhadap $\log C_e$ akan menghasilkan garis lurus.

Persamaan (10) digunakan untuk isoterm Langmuir (Ho dkk., 2000).

$$q_e = q_m \cdot K_L \frac{C_e}{1 + K_L \cdot C_e} \quad (10)$$

Sedangkan bentuk liniernya dapat terlihat dalam persamaan (11)

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m \cdot K_L} + \frac{C_e}{q_m} \quad (11)$$

Notasi q_m adalah kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g), K_L adalah konstanta adsorpsi Langmuir (L/mg). Konstanta q_m dan K_L dapat diperoleh dari perpotongan dan kemiringan pada plot linear antara C_e/q_e terhadap C_e .

Isoterm Sips adalah kombinasi dari isoterm Langmuir dan Freundlich. Isoterm Sips memprediksi adsorpsi pada permukaan heterogen. Menghindari batasan peningkatan konsentrasi adsorbat yang biasanya terkait dengan model Freundlich. Oleh sebab itu pada konsentrasi adsorbat rendah model ini direduksi

menjadi model Freundlich, tetapi pada konsentrasi adsorbat tinggi, model ini memprediksi model Langmuir (Ayawei dkk., 2017). Isoterm Sips dinyatakan pada persamaan (12) dan bentuk liniernya pada persamaan (13).

$$q_e = \frac{K_s C_e^{\beta_s}}{1 + a_s C_e^{\beta_s}} \quad (12)$$

$$\beta_s \ln C_e = - \ln \left(\frac{K_s}{q_e} \right) + \ln a_s \quad (13)$$

2.3 Silika Mesopori (MCM-41)

Pada awal 1990-an, para ilmuwan menemukan bahan silika mesopori yang disebut kelompok M41S. Istilah M41S digunakan untuk mengklasifikasikan berbagai jenis MCM (*Mobil Composition of Matter*). Jenis dari kelompok ini antara lain adalah MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 (Solanki dan Patel, 2019). MCM-41 merupakan tipe yang paling banyak dipelajari karena memiliki struktur heksagonal yang teratur, luas permukaan spesifik yang besar, stabilitas termal yang baik, dan mudah diperoleh dibandingkan dengan tipe M41S lainnya (Costa dkk., 2020), (Pham dkk., 2020). MCM-41 memiliki struktur heksagonal dan mirip seperti sarang lebah (Kim dkk., 1995). MCM-41 memiliki ukuran pori dalam kisaran 2- 50 nm sehingga disebut dengan material mesopori (Ahda, 2015).

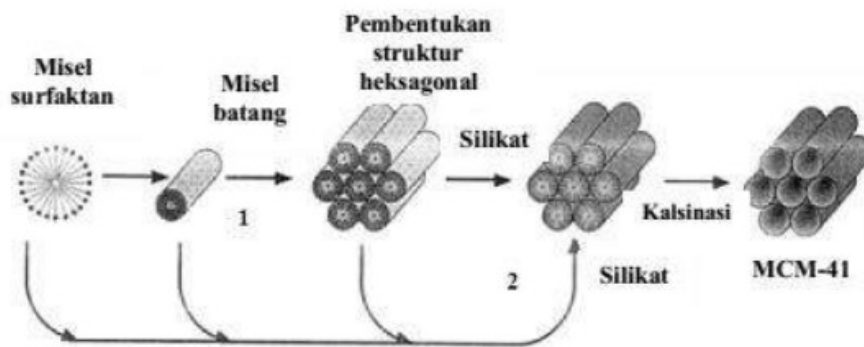
2.3.1 Sintesis MCM-41

Beberapa metode sintesis MCM-41 dapat digunakan baik sintesis konvensional hidrotermal maupun sintesis tidak langsung (Asral dkk., 2022). Material MCM-41 dapat disintesis dalam berbagai cara. Salah satunya adalah dengan menggunakan templat atau cetakan (zat pengarah struktur). Mekanisme tersebut sering disebut “*liquid crystal templating mechanism*”, yang mana

molekul surfaktan bertindak sebagai templat. Sintesis menggunakan metode hidrotermal, adalah sintesis yang menggabungkan proses sol-gel (proses perubahan fase larutan menjadi padatan, meliputi presipitasi, kristalisasi, keadaan superkritis antisolven, perakitan supramolekul dan kerusakan struktur) dengan proses hidrotermal. Selain itu, sintesis dapat dilakukan secara tidak langsung menggunakan surfaktan dan larutan silika (Asral dkk., 2022). Sintesis MCM-41 pernah dilakukan oleh Hasanah dkk, (2018) menggunakan kombinasi sol-gel dengan sonokimia.

MCM-41 disintesis dari natrium silika sebagai sumber silika dan setiltrimetilamonium bromida (CTAB) sebagai templat (Asral dkk., 2022). Beberapa sumber silika antara lain dari abu layang batu bara oleh Caroles (2019), abu sekam padi digunakan oleh Suyanta dan Kuncaka (2011), dan lempung silika oleh Darmawan (2004), sebagai pengganti sumber silika komersial serta salah satu upaya *green synthesis*. Sutrisno dkk (2005) berhasil mensintesis MCM-41 dari hidrolisis dan kondensasi *tetraetil ortosilikat* (TEOS) sebagai sumber silika dan surfaktan *setiltrimetil amonium bromida* (CTAB) sebagai pencetak. NaOH sebagai pembentuk basa dan air sebagai pelarut.

Sintesis silika mesopori MCM-41 oleh Taba (2008), menggunakan larutan Ludox HS40, NaOH, dan setiltrimetilamonium klorida (CTAC) sebagai surfaktan. Mekanisme pembentukan material silika mesopori MCM-41 oleh Beck dkk (1992) dapat dilihat pada Gambar 2.



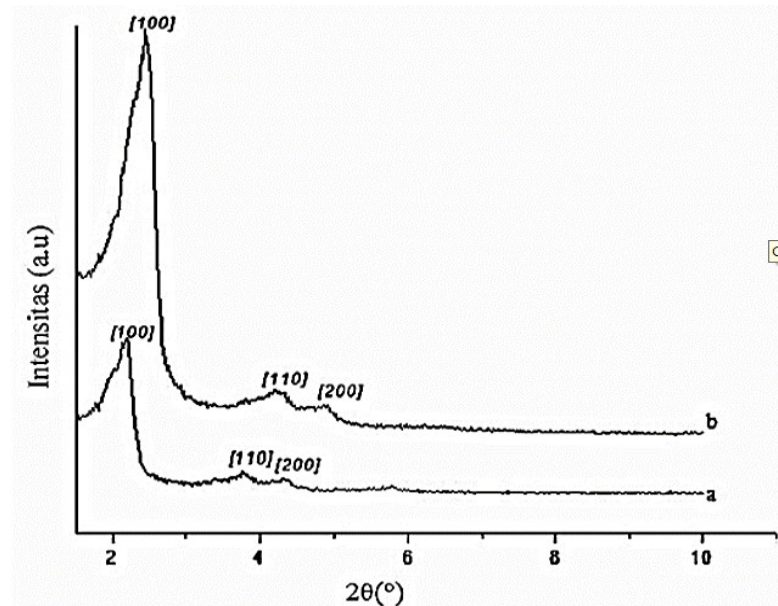
Gambar 2. Mekanisme pembentukan MCM-41 (Beck dkk., 1992).

Gambar 2 menunjukkan bahwa pada awalnya misel berbentuk bola dan ketika prekursor silika ditambahkan, misel berubah memanjang dan tersusun dalam pola heksagonal ketika dinding silika terbentuk. Setelah kalsinasi, surfaktan dihilangkan dan terbentuk silika mesopori MCM-41.

2.3.2 Karakterisasi MCM-41

Karakteristik morfologi pori merupakan salah satu kunci untuk dapat memahami struktur material berpori yang berpengaruh pada proses adsorpsi. Berbagai macam metode analisis dapat digunakan antara lain *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Micrographs* (SEM). Analisa XRD digunakan untuk mengetahui diameter pori dari MCM 41 (Wibowo dkk., 2004).

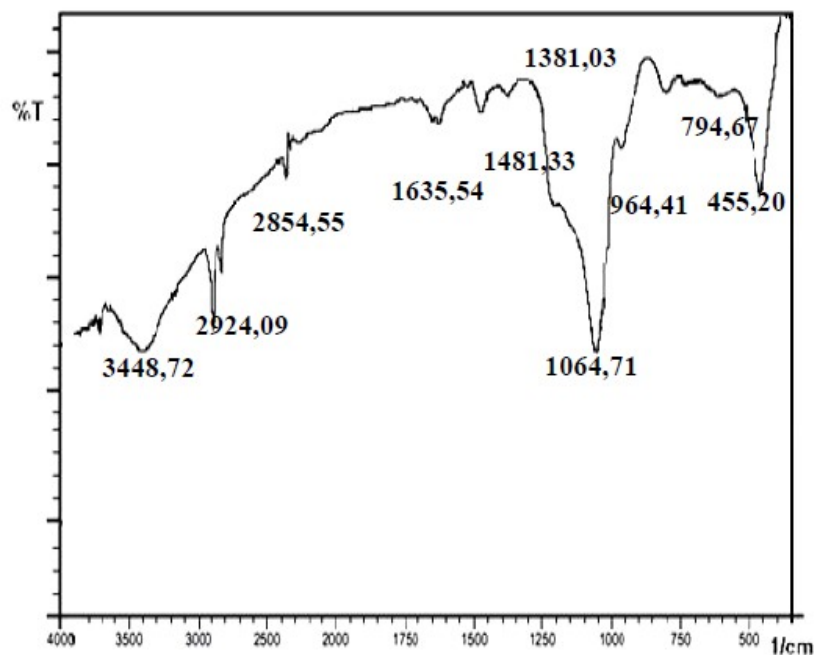
Hasil karaterisasi MCM-41 oleh Hasanah dkk (2018) sebelum dan setelah kalsinasi disajikan pada Gambar 3. Material MCM-41 setelah kalsinasi memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan MCM-41 sebelum kalsinasi. Selain itu, MCM-41 setelah kalsinasi mempunyai nilai 2θ yang lebih besar daripada MCM-41 sebelum kalsinasi, yang berarti bahwa nilai parameter kisinya lebih kecil. Adanya kenaikan intensitas puncak pada MCM-41 setelah kalsinasi ini diakibatkan oleh hilangnya surfaktan CTAB yang mengakibatkan material menjadi semakin teratur. Selain itu, hilangnya surfaktan CTAB menyebabkan MCM-41 memiliki unit sel yang lebih kecil.



Gambar 3. Difraktogram MCM-41: (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi (Hasanah dkk., 2018).

MCM-41 hasil sintesis pada gambar (b) menunjukkan tiga puncak utama pada $2\theta = 2,35^\circ$; $2\theta = 4,19^\circ$; dan $2\theta = 4,80^\circ$ yang berturut-turut merupakan difraksi bidang kristal (100), (110), dan (200). Hal ini menunjukkan bahwa MCM-41 hasil sintesis memiliki keteraturan pori yang baik yang ditandai dengan munculnya tiga puncak utama MCM-41.

Identifikasi material mesopori MCM-41 menggunakan spektroskopi inframerah dilakukan untuk melihat perubahan gugus fungsi material sebelum dan setelah proses kalsinasi (Tengker dan Falah, 2017). Surfaktan yang digunakan dalam penelitian Tengker dan Falah (2017) adalah setiltrimetilamonium bromida (CTAB). Surfaktan $C_{16}TMA^+$ akan memberikan puncak-puncak spesifik pada daerah bilangan gelombang $3000-2700\text{ cm}^{-1}$. Spektra inframerah material MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Spektrum Inframerah MCM-41 (Tengker dan Falah, 2017).

Data spektrum inframerah MCM-41 menunjukkan serapan karakteristik metilena ($-\text{CH}_2$) yang muncul pada daerah bilangan gelombang $2924,09 \text{ cm}^{-1}$ dan pada daerah bilangan gelombang $2854,65 \text{ cm}^{-1}$ dengan jenis vibrasi masing-masing yaitu vibrasi ulur asimetris dan vibrasi ulur simetris untuk ikatan C–H. Ikatan C–H yang dikarakterisasi sebagai ikatan metilena ($-\text{CH}_2$) berasal dari surfaktan CTAB yang komponen utamanya tersusun atas rantai karbon panjang, dimana setil merupakan hidrokarbon C_{16} yang kaya akan ikatan $-\text{CH}_2$. Hal ini didukung dengan munculnya serapan pada daerah bilangan gelombang $1481,33 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi tekuk asimetri untuk ikatan C–H pada metilena ($-\text{CH}_2$). Spektrum inframerah pada Gambar 4 juga dapat memberikan informasi mengenai karakter ikatan penyusun material mesopori MCM-41 yang merupakan ikatan T–O dimana $\text{T} = \text{Si}$ atau Al . Ikatan T–O di dalam polimer tersebut memberikan spektrum khas pada daerah inframerah tengah yaitu pada $1250\text{--}300 \text{ cm}^{-1}$. Daerah pada bilangan gelombang $1064,71 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan

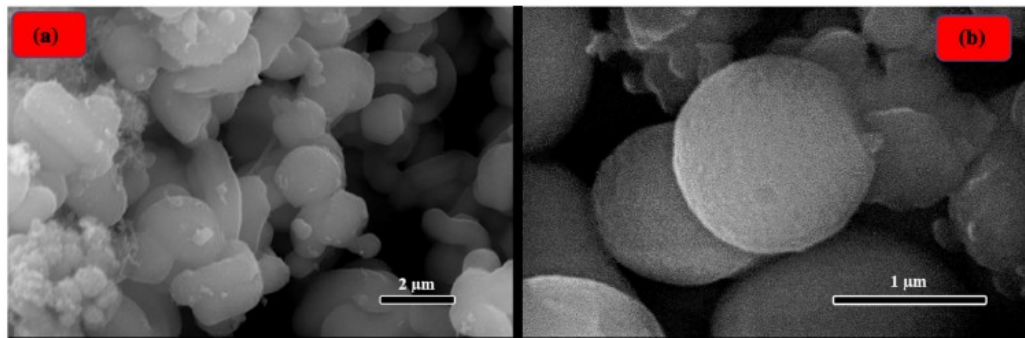
vibrasi ulur asimetris ikatan T–O–T (T=Si/Al). serapan dengan bilangan gelombang $964,41\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur simetri untuk ikatan T–O–R dimana T = Si dan R = Al/H. Vibrasi T–O di dalam tetrahedral TO_4 disebut vibrasi internal dan vibrasi pada ikatan T–O antar tetrahedral disebut vibrasi eksternal. Serapan inframerah yang muncul pada bilangan gelombang $794,67\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur asimetris untuk ikatan T–O tetrahedral eksternal sedangkan serapan pada bilangan gelombang $455,20\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi tekuk simetri untuk ikatan T–O tetrahedral internal material hasil sintesis (Tengker dan Falah, 2017).

Karakteristik vibrasi molekul untuk ikatan –OH juga ditemukan pada spektra inframerah MCM-41. Pada daerah bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ muncul serapan vibrasi ikatan –OH yang diperkirakan berasal dari ikatan Si-OH pada material hasil sintesis. Hal ini juga didukung dengan munculnya vibrasi ikatan –OH pada daerah bilangan gelombang $3448,72\text{ cm}^{-1}$ yang berasal dari molekul air atau ikatan –OH yang membentuk ikatan hidrogen antara sesama material silika.

Karakterisasi menggunakan metode Brunauer-Emmet-Teller (BET) bertujuan untuk mengetahui ukuran pori, luas permukaan, dan distribusi pori pada suatu material. BET adalah metode yang paling banyak digunakan untuk mengetahui luas permukaan suatu padatan.(Tengker dan Kumajas, 2019).

Khaled dkk. (2022) menganalisis morfologi dan ukuran partikel MCM-41 dengan menggunakan *scanning electron microscope with energy-dispersive spectroscopy* (SEM/EDS). Morfologi karakteristik MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 5a, 5b. Gambar perbesaran rendah (Gambar 5a) mengungkapkan berbagai morfologi seperti batang dan bola yang memanjang. Morfologi ini khas untuk

MCM-41. Pada skala perbesaran tinggi (Gambar 5b), partikel yang mirip bola simetris terlihat jelas. Diameter rata-rata partikel bola diperkirakan berada dalam kisaran 600 dan 700 nm.



Gambar 5. Morfologi SEM dari MCM-41: (a) perbesaran rendah dan (b) perbesaran tinggi (Khaled dkk., 2022).