

**ADSORPSI *BRILLIANT SCARLET* OLEH SILIKA MESOPORI
(MCM-48)**

NATALIA SHINTADEVI

H311 08 008



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2013**

**ADSORPSI *BRILLIANT SCARLET* OLEH SILIKA MESOPORI
(MCM-48)**

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

Oleh

NATALIA SHINTADEVI

H311 08 008



MAKASSAR

2013

LEMBAR PERSEMBAHAN

“Apabila engkau menyeberang melalui air, Aku akan menyertai engkau, atau melalui sungai - sungai, engkau tidak akan dihanyutkan; apabila engkau berjalan melalui api, engkau tidak akan dihanguskan, dan nyala api tidak akan membakar engkau. Sebab Akulah Tuhan, Allah Mu, Yang Mahakudus, Allah Israel, Juruselamatmu” (Yesaya, 43:2-3)

Kudedikasikan karya ini untuk mereka yang memberiku cinta kasih dan untuk semua orang yang mencintai ilmu dan merindukan hikmat

PRAKATA

Pujian, hormat, kemuliaan serta syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yesus Kristus atas limpahan kebaikan, kemurahan dan kasih sayang-Nya sehingga penulisan skripsi dengan judul “Adsorpsi *Brilliant Scarlet* oleh Silika Mesopori (MCM-48)” dapat diselesaikan. Bersyukur atas waktuNya yang sungguh indah sehingga penulisan skripsi ini boleh selesai sesuai dan seturut kehendakNya.

Ungkapan terima kasih yang penuh ketulusan dari hati terdalam penulis persembahkan kepada kedua orang tua tercinta, ayahanda **Alm. Simon Sandaupa'**, walau kini sudah tiada tapi semangat dan cinta kasihnya terus membara dalam hati, dan ibunda **Dorkas Padang Allo** atas cinta kasih yang tulus, doa dan dukungan yang tiada henti, serta kesabaran membimbing penulis. Terima kasih kepada saudaraku **Rinaldi Febrianto Bamba** dan **Oktavia Sriastuti Bamba** yang juga senantiasa memberikan doa dan semangat sebagai bentuk rasa cinta kasih kepada penulis, terima kasih untuk canda tawa serta telinga untuk mendengar keluhanku. Terima kasih juga untuk tanteku **Hermin S. Bamba, B.Sc** dan semua keluarga besarku atas dukungan dan bantuannya.

Keberhasilan penulis sampai pada tahap penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dari berbagai pihak. Karena itu penulis menghaturkan terima kasih kepada :

1. **Dr. Paulina Taba, M.Phil** dan **Dr. Muhammad Zakir, M.Si** sebagai pembimbing utama dan pembimbing pertama yang dengan sabar membimbing, memberikan waktu, masukan serta bantuan selama penelitian hingga tersusunnya skripsi ini. Terima kasih untuk segala yang terbaik yang telah diberikan kepada

penulis. Terima kasih juga kepada **Dr. Maming, M.Si** selaku penasihat akademik yang terus ada untuk memberi semangat kepada penulis.

2. **Dr. Firdaus Zenta, MS, Prof. Dr. Ahyar Ahmad, Prof. Dr. H. M. Syahrul. M.Agr,** dan **Drs. H. L. Musa Ramang, M.Si** selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktu dan memberikan pemikiran yang sangat berharga selama penulisan skripsi ini.
3. **Dr. Firdaus Zenta, MS** dan **Dr. Seniwati Dali, M.Si** selaku ketua Jurusan dan sekretaris Jurusan, serta seluruh dosen pengajar Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin atas ilmu dan semangat yang telah diberikan. Seluruh pegawai dan analis yang turut membantu penulis, khususnya untuk **Pak Sugeng, Ibu Tini** dan **Kak Fiby**.
4. **Madrianto Riyandi Patila** yang selalu menemani dalam suka dan duka, setia memberi dukungan semangat, doa serta fasilitas☺, terima kasih sudah mengajarku untuk selalu mengucap syukur. *Kurre sumanga' kepompong...*
5. Rekan penelitianku, **Asman Kumik**, serta teman-teman yang memberi diri menemani selama penelitian dan asistensi, **Imran, Ayu, Sale', Ima, Ulla, Chrismal, Filu, Ihsan, kak Mery, kak Santi dan kak Herlina** terima kasih untuk segala bentuk bantuan, dan kebersamaan dalam mengerjakan penelitian.
6. Saudara-saudara ku **Mr.8**, yang selalu setia menemani penulis sejak tahun 2008, **Dewi, Feros, Denes, Desi, Bulkis, Echi, Defi, Melda, Neneng, Wida, Ima, Ana, Asman, Ama, Anita, Tika, Agu, Nurul, Chacha, Lili, Uni, Ayu, Arfi, Ning, Vega, Kaltri, Meity, Fadlia, Ajeng, Upe, Gilang, Rahman, Yusi, Imran, Syarif, Haidil, Ulla, Icar, Hendra, Mucas, Zendri** terima kasih atas persaudaraan dan bantuannya.

7. Sahabat-Sahabat terbaikku, **Faithful (Kak Tina, Dewi, Feros), Felicity (Arya, Carol, Eryanti, Jeane, Nopi), Marendeng (Merlin, Merry, Tina, Wasty, Tina), dan Twexon 41 SMANSA Makale** terima kasih untuk doa dan semangatnya, terima kasih sudah menjadi bagian dalam hidupku khususnya dalam membantu mengenal Kristus lebih dalam lagi. Terima kasih untuk air mata dan deraian tawa yang bisa kita rasakan bersama.
8. *My best Community*, **PMKO Filadelfia MIPA Farmasi Universitas Hasanuddin**, terima kasih buat teman-teman yang selalu mendoakan, **Alfred, Yudi, Kak Alfons, Kak Yenti, Ester, Adelin, Irma, Nova, Liya, Itheng, Mey, Kak Kris, Aris, Sidang, Yanti, Vivi, Jeany, Fara, Kris, kak Leo, Resky, Willy, Andre, Kak Agnes, kak Charmi** serta teman-teman yang tidak sempat dituliskan namanya, sangat menikmati kebersamaan dengan kalian semua.
9. Teman-teman di **IKASMANSMA Makale, PERKANTAS (Persekutuan Kristen Antar Universitas) SUL-SEL, volunteer GHNI (Global Hope Networking International)** serta Keluarga Besar di **HMK FMIPA UNHAS**, kakak-kakak angkatan 2006, 2007 serta adik-adik angkatan 2009, 2010 dan 2011, terima kasih untuk pengalaman hidup yang kalian bagikan.
10. Semua pihak yang telah membantu yang tidak sempat dituliskan namanya.

Penulis sadar sepenuhnya akan segala kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karenanya, penulis berharap adanya kritik dan saran yang membangun untuk lebih menyempurnakan skripsi ini. Akhirnya, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat kepada siapapun yang haus akan ilmu pengetahuan.

Makassar, Juni 2013

Penulis

ABSTRAK

Limbah cair berupa zat warna, merupakan bahan pencemar lingkungan yang berbahaya bagi kesehatan. Oleh karena itu, zat warna harus dihilangkan dari lingkungan perairan. Silika mesopori (MCM-48) dapat digunakan sebagai adsorben zat warna *brilliant scarlet*. MCM-48 disintesis secara hidrotermal menggunakan Triton X-100 dan CTAB sebagai *template*. Surfaktan dihilangkan dengan pencucian HCl-etanol 1 kali dan 2 kali. Karakterisasi MCM-48 dilakukan menggunakan spektrofotometer FT-IR dan XRD. Hasil sintesis MCM-48 dipelajari kemampuan adsorpsinya dengan variasi waktu kontak, pH, dan konsentrasi. Konsentrasi *brilliant scarlet* sesudah adsorpsi ditentukan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 505 nm. Model isotermal Freundlich dan Langmuir digunakan untuk mempelajari isotermal adsorpsi *brilliant scarlet* oleh MCM-48 pencucian HCl-etanol 1 kali dan 2 kali. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu optimum adsorpsi *brilliant scarlet* oleh MCM-48 pencucian 1 kali adalah 60 menit sedangkan MCM-48 pencucian 2 kali adalah 60 menit. pH optimum adsorpsi *brilliant scarlet* oleh MCM-48 pencucian 1 kali adalah pH 6 sedangkan MCM-48 pencucian 2 kali adalah pH 5. Adsorpsi *brilliant scarlet* oleh MCM-48 pencucian HCl-etanol 1 kali dan 2 kali memenuhi isotermal Langmuir dengan kapasitas adsorpsi masing-masing adalah 62,5 mg/g adsorben dan 17,53 mg/g adsorben.

Kata kunci: adsorpsi, silika mesopori (MCM-48), isotermal adsorpsi, *brilliant scarlet*.

ABSTRACT

Dyes as waste liquid are environment pollutant materials that are dangerous for health. Therefore, dyes have to be removed from water environment. Mesoporous silica (MCM-48) was used as adsorbent of *brilliant scarlet* dyes. MCM-48 was hydrothermally synthesized using co-surfactant of CTAB and Triton X-100 as template. Surfactants was removed by washing once and twice with HCl-ethanol. Fourier Transform Infra Red (FT-IR) and X-ray Diffraction (XRD) methods were used to characterize MCM-48 materials. The ability of washed MCM-48 materials to adsorb *brilliant scarlet* was studied with variation of contact time, pH and concentration. The concentration of *brilliant scarlet* after adsorption was determined by UV-Vis Spectrophotometer at a wavelength of 505 nm. Langmuir and Freundlich models were used to study the adsorption isotherm of *brilliant scarlet* by washed MCM-48 material. The results indicated that the optimum time adsorption of *brilliant scarlet* by MCM-48 washed once were 60 min, whereas those by MCM-48 washed twice were 60 min. optimum pH adsorption of *brilliant scarlet* by MCM-48 washed once were 6, whereas those by MCM-48 washed twice were 5. The adsorption of *brilliant scarlet* by MCM-48 washed once and twice were fitted the Langmuir model with the adsorption capacity of 62,5 mg/g and 17,53 mg/g adsorbent, respectively.

Key words: adsorption, mesoporous silica (MCM-48), adsorption isotherm, *brilliant scarlet*.

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
DAFTAR ARTI LAMBANG DAN SINGKATAN.....	xviii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	4
1.3.1 Maksud Penelitian.....	4
1.3.2 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Zat Warna.....	6
2.1.1 Zat Warna Alami.....	6
2.1.2 Zat Warna Sintesis.....	7
2.1.3 Zat Warna Azo.....	8
2.1.4 <i>Brilliant Scarlet</i>	9

2.2	Adsorpsi.....	9
2.2.1	Adsorben.....	11
2.2.2	Isotermal Adsorpsi.....	11
2.3	Silika Mesopori.....	12
BAB III METODE PENELITIAN.....		18
3.1	Bahan Penelitian.....	18
3.2	Alat Penelitian.....	18
3.3	Waktu dan Tempat Penelitian.....	18
3.4	Prosedur Penelitian.....	19
3.4.1	Sintesis Silika Mesopori (MCM-48).....	19
3.4.2	Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-48).....	20
3.4.3	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	21
3.4.4	Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi.....	21
3.4.5	Penentuan pH Optimum Adsorpsi.....	21
3.4.6	Penentuan Kapasitas Adsorpsi <i>Brilliant scarlet</i> oleh Silika Mesopori (MCM-48).....	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		24
4.1	Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-48).....	24
4.2	Waktu Optimum Adsorpsi <i>Brilliant scarlet</i> oleh Silika Mesopori (MCM-48).....	28
4.3	Penentuan pH Optimum Adsorpsi <i>Brilliant scarlet</i> oleh Silika Mesopori (MCM-48).....	31
4.4	Kapasitas Adsorpsi <i>Brilliant scarlet</i> oleh Silika Mesopori (MCM-48).....	34
4.5	Hasil Pembacaan FTIR Adsorpsi <i>Brilliant scarlet</i> oleh Silika Mesopori (MCM-48).....	40

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	42
5.1 Kesimpulan.....	42
5.2 Saran.....	42
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN	47

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Pengaruh waktu terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) dengan pencucian HCl-etanol 1 kali.....	28
2. Pengaruh waktu terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) dengan pencucian HCl-etanol 2 kali.....	29
3. Pengaruh pH terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) dengan pencucian HCl-etanol 1 kali.....	31
4. Pengaruh pH terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) dengan pencucian dengan HCl-etanol 2 kali.....	32
5. Pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali	34
6. Pengaruh konsentrasi terhadap adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Pengaruh pH terhadap kesetimbangan zat warna azo.....	9
2. Struktur Brilliant Scarlet.....	9
3. Struktur 3 dimensi Silika Mesopori (MCM-48).....	13
4. Pengaruh pH pada sintesis silika mesopori (MCM-48).....	14
5. Gugus silanol (Si-OH) dalam silika mesopori (MCM-48).....	14
6. Interaksi antara spesies anorganik dan bagian kepala dari surfaktan dengan beberapa penentuan kemungkinan sintesis dalam suasana asam, basa dan netral.....	15
7. Pembentukan mesopori silika oleh <i>structure direct agent</i>	15
8. Difraksi sinar-X dan struktur yang diajukan untuk MCM-41, MCM-48 dan MCM-50.....	16
9. Pola difraksi sinar X silika mesopori (MCM-48).....	25
10. Pola XRD MCM-48 sebelum dan setelah kalsinasi.....	25
11. Spektrum inframerah silika mesopori (MCM-48) sebelum pencucian dan sesudah pencucian dengan HCl-etanol 1 kali dan 2 kali.....	26
12. Grafik hubungan antara waktu adsorpsi terhadap jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (x/m) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali	28
13. Grafik hubungan antara waktu adsorpsi terhadap jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (x/m) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	30
14. Grafik hubungan antara pH dengan jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (q_e) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol satu kali.....	31

15. Grafik hubungan antara pH dengan jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (q_e) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol dua kali	32
16. Grafik hubungan antara jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (q_e) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali dengan konsentrasi larutan pada kesetimbangan	35
17. Isotermal Langmuir untuk adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali.....	35
18. Isotermal Freundlich untuk adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali.....	36
19. Grafik hubungan antara jumlah brilliant scarlet yang diadsorpsi (q_e) oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali dengan konsentrasi larutan (C_e) pada kesetimbangan	37
20. Kurva isotermal Langmuir untuk adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	38
21. Kurva isotermal Freundlich untuk adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	38
22. Spektrum inframerah adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali dan 2 kali setelah diinteraksikan dengan brilliant scarlet	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja sintesis silika mesopori (MCM-48).....	47
2. Skema kerja penghilangan surfaktan dari silika mesopori (MCM-48) dengan pencucian HCl-etanol 1 kali.....	48
3. Skema kerja penghilangan surfaktan dari silika sesopori (MCM-48) dengan pencucian HCl-etanol 2 kali.....	48
4. Skema kerja penentuan panjang gelombang maksimum	49
5. Skema kerja penentuan waktu optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) setelah pencucian dengan HCl-etanol	50
6. Skema kerja penentuan pH optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) setelah pencucian dengan HCl-etanol	501
7. Skema kerja penentuan kapasitas adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) setelah pencucian dengan HCl-etanol.....	52
8. Data penentuan panjang gelombang maksimum brilliant scarlet dengan konsentrasi 20 mg/L.....	53
9. Data absorbansi kurva standar larutan brilliant scarlet	54
10. Data penentuan waktu optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silikamesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali.....	55
11. Data penentuan waktu optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	56
12. Data penentuan pH optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali.....	57

13. Data penentuan pH optimum adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali	58
14. Data penentuan kapasitas adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali.....	59
15. Contoh perhitungan nilai Q_0 dan b	60
16. Contoh perhitungan nilai k dan n	61
17. Data penentuan kapasitas adsorpsi brilliant scarlet oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 2 kali.....	62
18. Contoh perhitungan nilai Q_0 dan b	63
19. Contoh perhitungan nilai k dan n	64

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

b	= energi adsorpsi berdasarkan isoterma Langmuir
C_e	= konsentrasi kesetimbangan larutan
C_o	= konsentrasi awal
CTAB	= cetyl trimethyl ammonium bromide
FTIR	= Fourier Transform infra-red
k	= kapasitas adsorpsi berdasarkan isoterma Freundlich
MCM	= Mobil Crystalline of Material
m	= banyaknya adsorben yang digunakan
n	= intensitas adsorpsi berdasarkan isoterma Freundlich
pH	= derajat keasaman
ppm	= part per million
q_e	= jumlah zat yang diadsorpsi
Q_o	= kapasitas adsorpsi isoterma Langmuir
V	= volume
x	= jumlah zat terlarut yang diadsorpsi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sektor industri merupakan sektor yang sangat penting dalam pertumbuhan ekonomi. Namun dapat juga berdampak negatif melalui limbah yang dihasilkan dalam prosesnya, baik berupa limbah padat, cair maupun gas. Salah satu limbah cair yang dihasilkan adalah zat warna. Zat warna dalam lingkungan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan yang dapat berakibat buruk bagi kesehatan. Zat warna tanpa pengolahan terlebih dahulu akan mengganggu estetika maupun penetrasi sinar matahari ke dalam air sehingga mengganggu fotosintesis dari tumbuhan air. Banyak dari zat warna ini telah teridentifikasi sebagai toksik dan karsinogenik (Preethi dkk., 2006).

Zat warna yang diproduksi di dunia diperkirakan lebih dari 10.000 ton pertahun dengan tipe zat warna yang berbeda, namun secara pasti jumlahnya tidak diketahui, sekitar 4 % diantaranya merupakan zat warna reaktif yang tergolong zat warna azo (Forgacs dkk., 2004). Zat warna azo merupakan zat warna berbahaya yang dapat bersifat toksik, karsinogenik dan mutagenik (Modi dkk., 2010). Salah satu zat warna azo yang biasa digunakan adalah zat warna *brilliant scarlet*. *Brilliant scarlet* dapat menyebabkan hiperaktivitas pada anak dan juga bersifat karsinogenik. *Brilliant scarlet* sangat larut dalam air dan menghasilkan warna merah yang sangat pekat (Anonim, 2013). Kurang dari 1 ppm zat warna azo dibutuhkan untuk membentuk intensitas warna yang tinggi dalam air (Banat dkk., 1996), sehingga pengurangan intensitas warna pada limbah cair perlu dilakukan.

Metode pengurangan limbah dari dalam perairan secara fisiko-kimia telah banyak dilakukan seperti koagulasi, adsorpsi, fotokatalisis, solidifikasi dan insenerasi. Metode adsorpsi pada dasarnya sederhana dan efektif (Moreira dkk., 1998). Adsorpsi merupakan metode efektif untuk mengurangi polutan organik maupun anorganik dari perairan yang terkontaminasi (Gao dkk., 2010). Adsorben yang digunakan bisa bermacam-macam dengan ketentuan bahwa bahan tersebut mempunyai pori, rongga, ruang antar lapisan atau sisi aktif (Wahyuni, 2010). Beberapa adsorben yang sering digunakan adalah abu sekam padi (Cahyonugroho, 2007), pasir vulkanik gunung Merapi (Fadjri, 2012), kitosan (Mahatmanti dan Sumarni, 2003; Arifin dkk., 2012), kitin (McKay, 1982), karbon aktif (Preethi dkk., 2006), abu terbang (Mufrodi, 2008), montmorilonit (Wang, 2004) dan silika mesopori (Duma, 2005; Kumik, 2013). Adsorben hasil sintesis memiliki keunggulan yaitu dapat dibuat dengan ukuran tertentu sesuai dengan kebutuhan sehingga akan lebih efektif dalam penggunaannya sebagai adsorben (Taslimah, 2007).

Silika mesopori (MCM-48) merupakan senyawa yang memiliki kerangka 3 dimensi (Vartuli, 1994). Silika merupakan komponen utama penyusun silika mesopori. Ukuran porinya yang berukuran meso sangat baik untuk mengadsorpsi senyawa dengan ukuran yang besar. Pori yang berukuran meso dan memiliki kerangka tiga dimensi pada MCM-48 memiliki keuntungan karena kemungkinan terjadinya pemblokiran pori oleh molekul adsorbat kecil.

Silika mesopori memiliki gugus aktif yaitu silanol (Si-OH). Silika mesopori dapat digunakan sebagai adsorben untuk adsorpsi surfaktan kationik maupun surfaktan netral (Taba, 2001). Interaksi antara silika mesopori dengan senyawa yang mengandung gugus hidroksil, seperti surfaktan netral, disebabkan oleh adanya ikatan

hidrogen antara gugus silanol dengan gugus hidroksil. Senyawa *brilliant scarlet* mengandung gugus hidroksil oleh karena itu senyawa ini memiliki kemungkinan teradsorpsi oleh silika mesopori.

Sintesis MCM-48 dengan metode Ryoo, memanfaatkan surfaktan sebagai pembentuk struktur (*template*). Surfaktan yang digunakan adalah *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) dan Triton X-100 (Ryoo, 1999). Silika mesopori yang disintesis menggunakan surfaktan kationik dan netral menyebabkan silika pada silika mesopori bermuatan negatif. Apabila CTAB tetap tinggal dalam silika mesopori maka ketika MCM-48 digunakan untuk mengadsorpsi senyawa yang bermuatan negatif memungkinkan terjadi interaksi kimia dengan adsorbatnya. Cara untuk membiarkan sebagian surfaktan tetap ada adalah melalui proses pencucian dengan HCl-etanol. Banyaknya HCl-etanol yang digunakan untuk pencucian mempengaruhi jumlah surfaktan yang tetap tinggal, oleh karena itu pencucian dilakukan sebanyak 1 kali dan 2 kali.

Adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu karakteristik fisik dan kimia dari adsorben, karakteristik fisik dan kimia dari adsorbat, konsentrasi adsorbat dalam fase cair, karakteristik fase cair, pH, dan waktu kontak (Cheremisinoff dan Moressi, 1978). Adsorpsi *brilliant scarlet* oleh adsorben silika mesopori (MCM-48), diperkirakan dipengaruhi oleh ukuran pori dan kandungan kimia adsorben sehingga pada penelitian ini akan diukur parameter waktu kontak dan penentuan gugus fungsi. Kesetimbangan *brilliant scarlet* (zat warna azo) dalam air dapat dipengaruhi oleh kondisi lingkungan, khususnya keasaman larutan, oleh karena itu memungkinkan untuk mengukur pH adsorpsi. Untuk itu pada penelitian ini akan dilakukan adsorpsi

dengan melihat pengaruh waktu kontak, pH, konsentrasi adsorbat dan gugus fungsi yang terlibat dalam adsorpsi.

Berdasarkan uraian di atas maka pada penelitian ini akan dilakukan adsorpsi *brilliant scarlet*, sebagai representasi zat warna azo, oleh silika mesopori (MCM-48) pencucian HCl-etanol 1 kali dan 2 kali.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. berapakah waktu kontak optimum adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol?
2. berapakah pH optimum adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol?
3. berapakah kapasitas adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol?
4. gugus fungsi apakah yang terlibat dalam adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui dan mempelajari kemampuan silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol dalam mengadsorpsi *brilliant scarlet* dalam air.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. menentukan waktu kontak dan pH optimum adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol,
2. menentukan kapasitas adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol,
3. menentukan gugus fungsi yang terlibat dalam adsorpsi *brilliant scarlet* oleh silika mesopori setelah pencucian dengan HCl-etanol.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan silika mesopori untuk mengadsorpsi *brilliant scarlet* dalam air. Selain itu diharapkan data-data yang diperoleh dapat dijadikan sebagai dasar pertimbangan dalam pengolahan air limbah yang mengandung zat warna azo khususnya senyawa *brilliant scarlet*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat warna organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Zat organik tidak jenuh yang dijumpai dalam pembentukan zat warna adalah senyawa aromatik antara lain senyawa hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya serta senyawa-senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen. Zat warna yang diproduksi di dunia diperkirakan lebih dari 10.000 ton pertahun dengan tipe zat warna yang berbeda, namun secara pasti jumlahnya tidak diketahui, sekitar 4 % diantaranya merupakan zat warna reaktif yang tergolong zat warna azo (Forgacs dkk., 2004).

2.1.2 Zat Warna Alami

Pewarna alami adalah zat warna alami (pigmen) yang diperoleh dari tumbuhan, hewan, atau dari sumber-sumber mineral, zat warna ini digunakan sejak dahulu dan umumnya dianggap lebih aman daripada zat warna sintesis. Salah satu kelemahan zat warna alami adalah warna yang tidak homogen sehingga susah untuk mendapatkan warna yang homogen.

Di Indonesia terdapat sekitar 153 jenis tumbuhan pewarna alami yang telah diidentifikasi (Husodo, 1999), dan telah digunakan secara luas dalam berbagai industri. Pada umumnya zat warna alami diperoleh dari tumbuhan yang diambil dari hutan atau dengan sengaja ditanam, digunakan untuk mewarnai ukiran, patung, makanan, anyaman, tenunan serta bahan kerajinan lainnya berasal dari pohon, perdu,

dan liana yang diolah secara tradisional (Makabori, 1999). Menurut Hidayat dan Saati (2006), beberapa zat warna yang diperoleh dari bahan alami adalah karoten, biksin, karamel, klorofil, antosianin dan tanin.

2.1.3 Zat Warna Sintesis

Zat warna sintesis pertama kali ditemukan oleh William Henry Perkin secara tidak sengaja pada tahun 1856, ketika Perkin sedang mencari obat untuk malaria. Zat warna sintesis yang ditemukan itu diberi nama, Mauve. Mauve adalah zat warna yang memberikan warna sangat terang, tapi memudar dengan mudah. Zat warna sintetis dapat didefinisikan sebagai zat-zat berwarna yang dapat memberikan warna permanen pada serat, sehingga serat tidak akan kehilangan warnanya bila terkena keringat, cahaya, air dan banyak bahan kimia termasuk oksidator dan juga dari serangan mikroba (Rai dkk., 2005; Saratele dkk., 2011).

Pada akhir abad ke-19, lebih dari sepuluh ribu pewarna sintetis telah dikembangkan dan digunakan untuk tujuan industri (Robinson dkk., 2001, Saratele dkk., 2011). Zat warna dapat digunakan dalam tekstil, sabun dan detergen, kosmetik, kertas, plastik dan juga digunakan dalam aplikasi teknologi tinggi, seperti dalam medis, elektronik, dan terutama industri pencetakan. Perkiraan pada tahun 1977 sekitar 800.000 ton zat warna yang terdaftar telah diproduksi di seluruh dunia (Anliker, 1977).

Survei yang dilakukan oleh ETAD (Ecological and Toxicological Association of the Dyestuffs Manufacturing Industry) menunjukkan bahwa dari total sekitar 4.000 pewarna yang telah diuji, lebih dari 90% menunjukkan nilai LD₅₀ di atas 2 x 10³ mg/kg, yang paling beracun adalah zat warna diazo (Robinson dkk., 2001). Dengan demikian nampak bahwa paparan pewarna azo tidak menyebabkan toksisitas

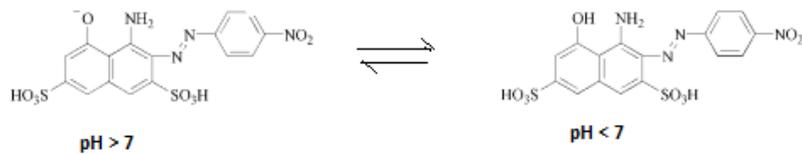
akut, tetapi jika terhirup dan kontak dengan kulit maka dapat bersifat karsinogenik karena dapat membentuk amina aromatis yang karsinogenik (Hunger, 2003).

2.1.3 Zat Warna Azo

Zat warna azo adalah zat warna yang mengandung satu atau lebih ikatan azo ($-N = N-$). Zat warna azo merupakan zat warna komersial yang sangat penting, yaitu sekitar 50% dari zat warna komersial dan juga paling sering diteliti, dan dari semua pewarna organik, 60-80% adalah pewarna azo. Zat warna ini digunakan secara luas dalam substrat seperti serat tekstil, kulit, plastik, kertas, rambut, minyak mineral, lilin, bahan makanan, kosmetik dan percetakan (Chung & Stevens, 1993; Chang dkk., 2001).

Penambahan zat warna dalam air sangat besar pengaruhnya, hanya perlu jumlah yang sangat kecil (kurang dari 1 ppm untuk beberapa pewarna) untuk menyebabkan perubahan warna yang terlihat jelas (Banat dkk., 1996). Air limbah yang berwarna tidak hanya berdampak pada aspek estetika dan transparansi air yang diterima, tetapi juga pada aspek lingkungan dan kesehatan seperti efek racun, karsinogenik dan mutagenik dari beberapa pewarna azo (Modi dkk., 2010; Lu dkk., 2010). Hal ini juga dapat mempengaruhi ekosistem perairan melalui penurunan penetrasi cahaya yang masuk ke perairan (Banat dkk., 1996; Modi dkk., 2010).

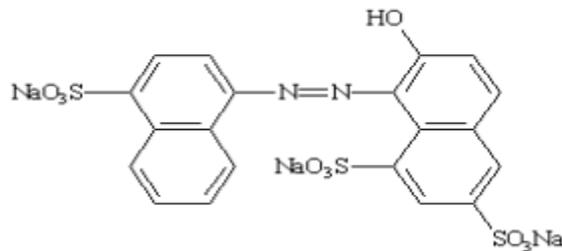
Sintesis dan kesetimbangan zat warna azo dipengaruhi oleh pH (Hunger, 2003). Pada $pH > 7$, ion OH^- pada larutan yang merupakan spesies yang kaya akan elektron akan menarik atom H pada zat warna sehingga zat warna cenderung bermuatan negatif. Sedangkan pada $pH < 7$, jumlah spesies yang kaya akan elektron sangat kecil sehingga tidak dapat menarik atom H pada zat warna. Perbedaan spesies zat warna pada asam dan basa dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh pH terhadap kesetimbangan zat warna azo (Hunger, 2003).

2.1.4 Brilliant scarlet

Brilliant scarlet dikenal juga dengan nama CI Food Red 7, Cochineal Red A, New Coccine, Ponceau 4R, CI (1975) No. 16255 INS No. 124. Zat warna *brilliant scarlet* memiliki berat molekul 604,48 g/mol. *Brilliant scarlet* berbentuk bubuk berwarna merah, yang larut dalam air dan sedikit larut dalam etanol. Brilliant Scarlet memiliki nama kimia *trisodium 2-hydroxy-1-(4-sulfonato-1-naphthylazo)-6,8-naphthalenedisulfonate*, dengan rumus struktur seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur *Brilliant scarlet*

Brilliant scarlet adalah zat warna azo yang awalnya digunakan sebagai pewarna pada makanan, namun pada tahun 2006, CFSAN menetapkan *brilliant scarlet* sebagai zat warna yang berbahaya. Zat warna ini sangat berbahaya terhadap orang yang alergi terhadap aspirin. Selain ini, dapat menyebabkan hiperaktivitas pada anak dan juga bersifat karsinogenik (Anonim, 2013).

2.2 Adsorpsi

Adsorpsi berasal dari bahasa Latin yaitu “*sorbere*” yang berarti mengisap. Adsorpsi dapat terjadi karena adanya ikatan yang terbentuk antara adsorben dengan

adsorbat. Adsorben merupakan fasa yang dapat terkondensasi yaitu fasa padat dan cair sedangkan adsorbat dapat berupa atom, ion atau molekul dalam fasa padat, cair maupun gas (Monk, 2004). Adsorpsi merupakan peristiwa penjerapan suatu zat pada permukaan zat lainnya. Zat padat dan zat cair mempunyai gaya adsorpsi karena kedua zat ini memiliki gaya tarik molekul-molekul dipermukaannya. Adsorpsi bersifat selektif, yang diserap hanya pelarut atau zat terlarut. Zat yang menurunkan tegangan antarmuka lebih kuat diadsorpsi (Sukardjo, 1989).

Interaksi pada proses adsorpsi tidak dapat benar-benar disebut sebagai ikatan jika entalpinya kecil, interaksi yang lebih mungkin adalah berhubungan dengan gaya van der Waals atau mungkin ikatan hidrogen jika adsorben mengandung oksida pada permukaannya. Adsorpsi seperti ini disebut adsorpsi fisika atau dikenal dengan fisisorpsi. Proses adsorpsi yang lain adalah terbentuknya ikatan kimia antara adsorben dan adsorbat karena entalpi yang besar. Adsorpsi seperti ini disebut adsorpsi kimia atau dikenal dengan kimisorpsi (Monk, 2004).

Faktor-faktor yang mempengaruhi kapasitas adsorpsi (Sawyer dan McCarty, 1987) yaitu:

1. luas permukaan adsorben. Semakin luas permukaan adsorben, semakin banyak adsorbat yang dapat diserap, sehingga proses adsorpsi dapat semakin efektif. Semakin kecil ukuran diameter partikel maka semakin luas permukaan adsorben.
2. ukuran partikel. Makin kecil ukuran partikel yang digunakan maka semakin besar kecepatan adsorpsinya. Ukuran diameter dalam bentuk butir adalah lebih dari 0,1 mm, sedangkan ukuran diameter dalam bentuk serbuk adalah 200 mesh.

3. waktu kontak. Waktu kontak merupakan suatu hal yang sangat menentukan dalam proses adsorpsi. Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik.
4. distribusi ukuran pori. Distribusi pori akan mempengaruhi distribusi ukuran molekul adsorbat yang masuk ke dalam partikel adsorben.

2.2.1 Adsorben

Banyak bahan-bahan padat yang digunakan sebagai adsorben dalam adsorpsi, antara lain karbon aktif, kitin, kitosan, asam humat, lempung dan zeolit. Suatu bahan dapat berfungsi sebagai adsorben apabila mempunyai pori, rongga, ruang antar lapisan atau sisi aktif (Wahyuni, 2010). Adsorben yang baik digunakan adalah adsorben dengan luas permukaan besar, stabil secara termal dan kimia, serta murah.

2.2.2 Isotermal Adsorpsi

Kurva hubungan konsentrasi dari bahan teradsorpsi pada temperatur tetap disebut isotermal adsorpsi. Persamaan isotermal adsorpsi yang umum digunakan adalah persamaan Langmuir dan Freundlich.

Isotermal Langmuir mengasumsikan adsorpsi lapisan tunggal pada permukaan yang mengandung sejumlah tertentu pusat adsorpsi dengan energi-energi adsorpsi yang seragam tanpa perpindahan adsorbat pada bidang permukaan (Ramakrishna, 1997).

Menurut Langmuir, isotermal adsorpsi mencakup 5 asumsi mutlak yaitu (Alberty, 1992):

1. molekul yang teradsorpsi berkelakuan ideal
2. molekul yang teradsorpsi dibatasi sampai lapisan monomolekul

3. permukaan adalah homogen, artinya afinitas dari setiap kedudukan ikatan untuk setiap molekul adalah sama.
4. tidak ada antaraksi lateral molekul adsorbat
5. molekul yang teradsorpsi terlokalisasi artinya tidak bergerak pada permukaan.

Bentuk linear dari persamaan isothermal Langmuir ditunjukkan pada persamaan berikut:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_o b} + \frac{C_e}{Q_o} \dots\dots\dots (1)$$

dimana C_e adalah konsentrasi kesetimbangan larutan (mg/L), q_e adalah jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben, Q_o dan b adalah konstanta Langmuir yang berturut-turut menyatakan kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi (Namasivayam, 2001). Jadi grafik C_e/q_e terhadap C_e akan menghasilkan garis lurus dengan kemiringan (slope) $1/Q_o$ dan perpotongan (intercept) $1/Q_o b$.

Isotermal Freundlich bergantung pada asumsi energi permukaan yang heterogen. Bentuk linear dari isotermal Freundlich adalah sebagai berikut:

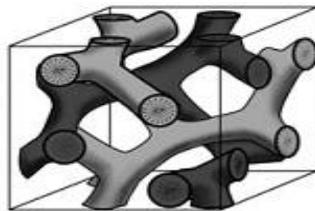
$$\log \frac{x}{m} = \log K + \frac{1}{n} \log C \dots\dots\dots (2)$$

dimana x adalah jumlah zat terlarut yang diadsorpsi, m adalah banyaknya adsorben yang digunakan dalam gram, C adalah konsentrasi kesetimbangan larutan. K dan n adalah konstanta adsorpsi seperti kapasitas dan intensitas adsorpsi (Namasivayam, 2001).

2.3 Silika Mesopori

Perkembangan material mesopori sangat pesat dan menjadi perhatian banyak peneliti, terutama sejak ditemukannya anggota keluarga M41S dari silikat atau

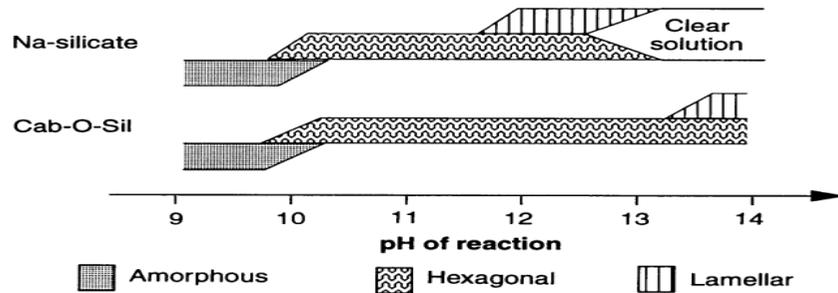
aluminosilikat mesopori oleh peneliti dari *Mobil Oil Corporation* pada tahun 1992. Surfaktan sebagai agen pembentuk struktur (pencetak) digunakan untuk mendapatkan material silikat dengan struktur lapis (*lamellar*) (MCM-50), heksagonal (MCM-41) dan kubik (MCM-48) (Beck, 1992). MCM-48 terdiri atas 2 jaringan (*network*) yang tidak saling bergantung dan terjalin secara berbelit-belit dari *channel* mesopori, yang menghasilkan sistem tiga dimensi (Vartuli, 1994).



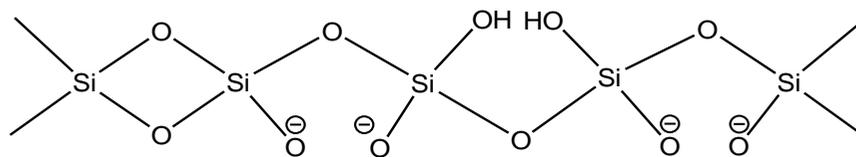
Gambar 3. Struktur 3 dimensi material berpori MCM-48 (Bandyopadhyay, 2004)

Sintesis MCM-48 menurut Beck dkk (1992) menggunakan 4 komponen utama, yaitu: sumber silika, surfaktan, pelarut dan katalis (asam dan basa). Kombinasi natrium silikat, tetrametilamonium silikat dan tetraetilortosilikat digunakan sebagai sumber silika, dan alkilrimetil-amonium klorida/ hidroksida/ bromida sebagai surfaktan. Air dan atau asam sulfat digunakan sebagai pelarut. Pada tahun 1998, Ryoo dkk mensintesis MCM-48 menggunakan prosedur hidrotermal. Natrium silikat, CTAB dan berbagai jenis alkohol sebagai bahan dasarnya. Pada tahun 1999, Ryoo dkk menemukan metode sintesis MCM-48 yang lebih mudah dengan menggunakan campuran surfaktan kationik dan surfaktan netral. Silika mesopori yang dihasilkan mengandung surfaktan. Pencucian menggunakan HCl-etanol digunakan untuk menghilangkan surfaktan yang ada pada silika sehingga diperoleh silika berpori ukuran meso (Ryoo, 1999). Pada proses sintesis, kondisi pH sangat berpengaruh terhadap struktur mesopori yang dihasilkan (Gambar 4) oleh karena itu pH sintesis harus diatur sedemikian rupa untuk membentuk silika

mesopori (MCM-48). Jika pH tidak diatur sampai pH 10 maka akan membentuk silika mesopori dengan struktur yang lain. Hasil sintesis berupa silika mesopori yang mengandung gugus silanol, seperti pada Gambar 5.

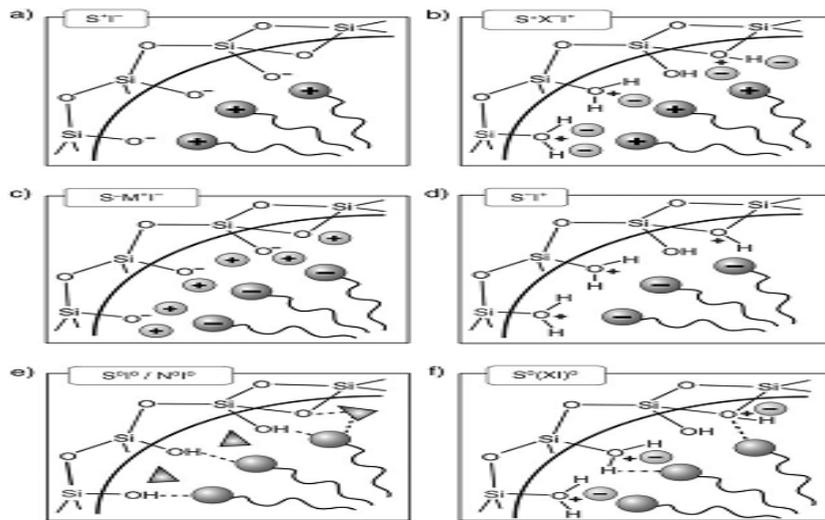


Gambar 4. Pengaruh pH pada sintesis silika mesopori (MCM-48) (Stucky dkk.,1993).



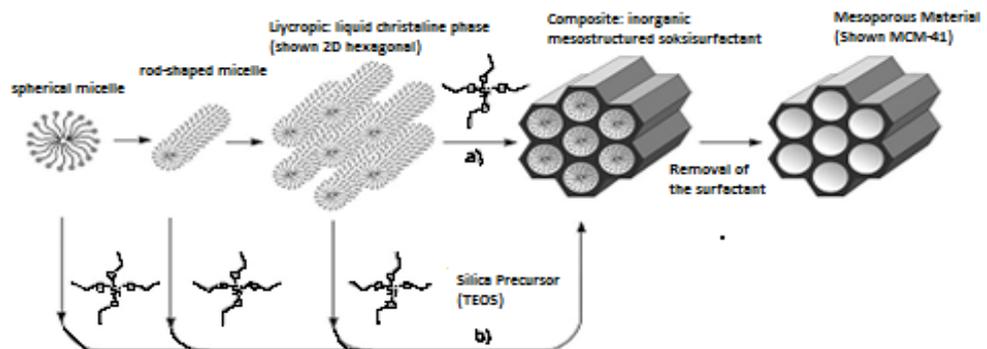
Gambar 5. Gugus silanol (Si-OH) dalam silika mesopori (MCM-48) (Huo, 1994).

Kondisi fundamental untuk metode sintesis merupakan sebuah interaksi menarik antara *template* dan prekursor silika untuk menghasilkan struktur yang teratur tanpa melalui pemisahan fase. Gambar 4 menunjukkan perbedaan interaksi antara komponen anorganik dan bagian kepala dari surfaktan. Menurut Huo dkk (1994), jika reaksi dilakukan dalam suasana basa (dimana spesies silika berada dalam bentuk anion) dan surfaktan kationik ammonium kuartener yang digunakan sebagai SDA (*structure directing agents*), jalur sintesis ini diistilahkan dengan interaksi S^+S^- (Gambar 6a). Sintesis juga bisa dilakukan pada suasana asam (dibawah titik isoelektrik dari Si-OH; spesies anorganik mendekati pH 2 dimana spesies silika bermuatan positif. Untuk menghasilkan interaksi dengan surfaktan kationik, perlu ditambahkan mediator ion X^- (biasanya halida).



Gambar 6. Interaksi antara spesies anorganik dan bagian kepala dari surfaktan dengan beberapa penentuan kemungkinan sintesis dalam suasana asam, basa dan netral. Elektrostatik; S^+S^- , S^+XI^+ , $S^-M^+I^-$, S^+I^+ , dan melalui ikatan hidrogen S^0I^0/N^0I^0 , $S^0(XI)^0$; *S*; *surfactant*, *I*; *inorganic species*) (Huo, dkk., 1994).

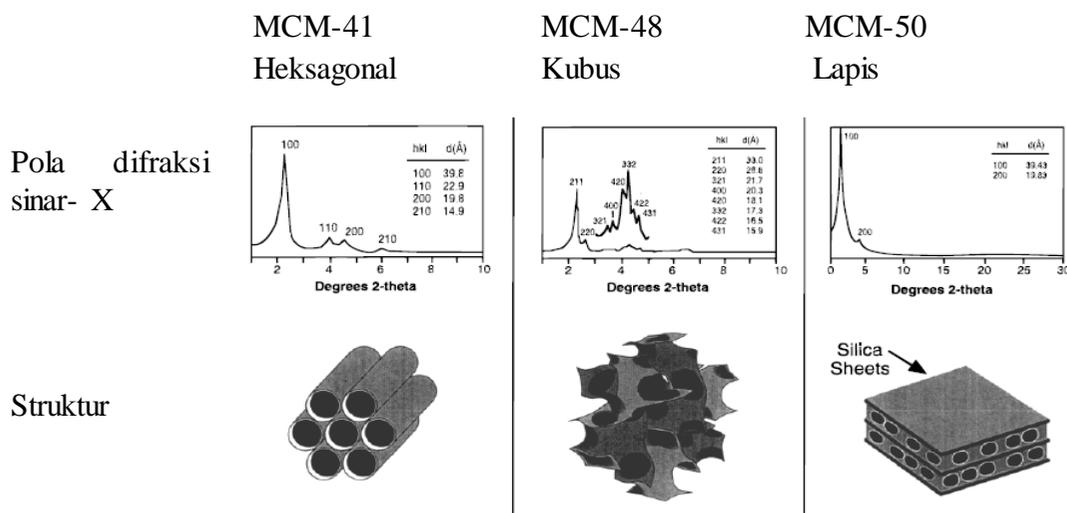
Mekanisme pembentukan material mesopori silika (MCM-48) diasumsikan sama dengan mekanisme pembentukan MCM-41 seperti yang diusulkan oleh (Beck dkk., 1992), dapat dilihat pada Gambar 7. Pada awalnya misel berbentuk bola dan ketika prekursor silika ditambahkan, misel berubah memanjang dan tersusun dalam pola heksagonal ketika dinding silika terbentuk. Setelah kalsinasi, surfaktan dihilangkan dan terbentuk silika mesopori (MCM-41).



Gambar 7. Pembentukan mesopori silika oleh *structure direct agent*, a) mekanisme *true liquid crystal template*, b) mekanisme penggabungan liquid crystal template (Beck, dkk., 1992).

Karakterisasi MCM-48 dapat dilakukan dengan beberapa teknik instrumentasi yaitu XRD (*X-ray diffraction*), mikroskop elektron, spektroskopi FTIR dan spektrometer NMR (Taba, 2001). XRD digunakan untuk meneliti bentuk pori dan simetri dari molekul serta dapat juga digunakan untuk mengamati stabilitas dari MCM-48. Selain itu metode difraksi sinar-X sangat berguna untuk mempelajari efek dari adanya unsur lain dalam MCM-48 (Ryoo dkk., 1999).

Dengan difraksi sinar-X, beberapa jenis silika mesopori, yakni MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 dapat dibedakan seperti terlihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Difraksi sinar X dan struktur yang diajukan untuk MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 (Barton, 1999).

Mikroskop elektron digunakan untuk mempelajari morfologi dan struktur molekul dari MCM-48. Informasi tentang gugus hidroksil pada MCM-48 dapat diperoleh melalui spektroskopi FTIR (Taba, 2001).

MCM-48 dapat digunakan sebagai katalis, adsorben dan lain-lain. Sebagai katalis, MCM 48 digunakan pada sintesis organik. Hartmann dkk (1999) menggunakan MCM-48 sebagai adsorben untuk senyawa organik seperti bensena, n-heptana dan sikloheksana. MCM-48 juga dapat digunakan sebagai adsorben untuk

surfaktan kationik dan surfaktan netral (Taba, 2001). Penggunaan lain dari MCM-48 adalah dapat digunakan sebagai cetakan untuk membuat jenis mesopori yang lain, seperti mesopori karbon (Ryoo, 2000). Selain itu MCM-48 dapat digunakan sebagai cetakan untuk membuat mesopori-mesostruktur TiMCM-48 yang memiliki prospek sebagai katalis pada proses hidrosilasi, amoksimasi, epoksidasi, oksidasi senyawa organik melalui mekanisme pusat V (Prakash dkk., 1998 dalam Sutrisno dkk., 2005).