

4.1.3 Morfologi permukaan MCM-41	27
4.1.4 Luas permukaan MCM-41	28
4.2 Waktu Optimum Adsorpsi Zat Warna Rb dan Mk oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	29
4.3 Studi Kinetika Adsorpsi Zat Warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	33
4.4 Kapasitas Adsorpsi Zat Warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	38
4.5 Desorpsi zat warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	47
<b>BAB V PENUTUP</b>	<b>49</b>
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	49
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>51</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>61</b>

**DAFTAR TABEL**

Nomor urut	Halaman
1. Sifat struktural TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	28
2. Perbandingan konstanta orde satu semu dan orde dua semu adsorpsi zat warna RB oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	36
3. Perbandingan konstanta orde satu semu dan orde dua semu adsorpsi zat warna MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	38
4. Parameter adsorpsi zat warna RB oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41 menggunakan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich	41
5. Parameter adsorpsi zat warna RB oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41 menggunakan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich	44
6. Bilangan gelombang C2 MCM-41 sebelum dan setelah adsorpsi RB dan TC MCM-41 sebelum dan setelah adsorpsi MK	46

## DAFTAR GAMBAR

Nomor urut	Halaman
1. Struktur molekul zat warna MK	7
2. Struktur molekul zat warna RB	8
3. Kelompok M41S dari mesopori <i>molecular sieves</i> meliputi MCM-41 (Hexagonal), MCM-48 (Kubik), dan MCM-50 ( <i>Stabillized lamellar</i> )	9
4. Mekanisme yang terjadi dalam pembentukan MCM-41: (1) Pembentukan fasa kristal cair, (2) Penataan anion silika	10
5. Difraktogram MCM-41	14
6. Kerangka pikir penelitian	16
7. Pola difraksi sinar X a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	24
8. Pola difraksi sinar X silika mesopori MCM-41	25
9. Spektrum FTIR TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	26
10. Morfologi a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41 dengan perbesaran 3000 kali	27
11. Kurva isoterm TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	29
12. Jumlah RB yang diadsorpsi oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	30
13. Jumlah MK yang diadsorpsi oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	33
14. Model kinetika orde satu semu terhadap adsorpsi zat warna RB oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	34
15. Model kinetika orde dua semu terhadap adsorpsi zat warna RB oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	35
16. Model kinetika orde satu semu terhadap adsorpsi zat warna MK oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	36
17. Model kinetika orde dua semu terhadap adsorpsi zat warna MK oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41	37
18. Jumlah zat warna RB yang teradsorpsi oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41 sebagai fungsi konsentrasi	39
19. Model isoterm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk	40

adsorpsi zat warna RB yang teradsorpsi oleh TC MCM-41	
20. Model isotherm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk adsorpsi zat warna RB yang teradsorpsi oleh C1 MCM-41	40
21. Model isotherm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk adsorpsi zat warna RB yang teradsorpsi oleh C2 MCM-41	40
22. Ilustrasi adsorpsi dengan persamaan Langmuir	41
23. Jumlah zat warna MK yang teradsorpsi oleh a) TC MCM-41, b) C1 MCM-41 dan c) C2 MCM-41 sebagai fungsi konsentrasi	42
24. Ilustrasi adsorpsi dengan persamaan Freundlich	42
25. Model isotherm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk adsorpsi zat warna MK yang teradsorpsi oleh TC MCM-41	43
26. Model isotherm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk adsorpsi zat warna MK yang teradsorpsi oleh C1 MCM-41	43
27. Model isotherm adsorpsi a) Langmuir dan b) Freundlich untuk adsorpsi zat warna MK yang teradsorpsi oleh C2 MCM-41	43
28. Spektrum FTIR a) RB, b) C2 MCM-41-RB, c) C2 MCM-41, d) MK, e) TC MCM-41-MK dan f) TC MCM-41	45
29. Ilustrasi interaksi adsorben dengan zat warna RB	47
30. Ilustrasi interaksi adsorben dengan zat warna MK	47
31. Desorpsi zat warna RB dan MK	48

## DAFTAR LAMPIRAN

Nomor urut	Halaman
1. Diagram alir prosedur penelitian	61
2. Skema kerja	62
2.1 Sintesis silika mesopori MCM-41	62
2.2 Penghilangan surfaktan dan silika Mesopori MCM-41 dengan pencucian HCl-etanol satu kali	64
2.3 Penghilangan surfaktan dan silika mesopori MCM-41 dengan pencucian HCl-etanol dua kali	64
2.4 Karakterisasi silika mesopori MCM-41	65
2.5 Pembuatan larutan induk RB dan MK	65
2.6 Penentuan panjang gelombang maksimum	66
2.7 Pembuatan kurva kalibrasi larutan standar zat warna RB dan MK	67
2.8 Penentuan waktu kontak optimum	68
2.9 Penentuan Kapasitas adsorpsi	69
2.10 Desorpsi zat warna RB dan MK	70
3. Dokumentasi penelitian	71
3.1 Sintesis silika mesopori MCM-41	71
3.2 Penghilangan surfaktan dengan pencucian HCl-etanol satu kali	72
3.3 Penghilangan surfaktan dengan pencucian HCl-etanol dua kali	72
3.4 Proses Adsorpsi	73
3.5 Proses Desorpsi	74
4. Karakterisasi XRD	75
5. Data karakterisasi FTIR	77
6. Data karakterisasi BET	84
7. Data penentuan panjang gelombang maksimum RB dengan konsentrasi 2 ppm	86
8. Data absorbansi kurva standar larutan RB	87
9. Penentuan waktu optimum adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	88
10. Data studi kinetika adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	89
11. Penentuan waktu optimum adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	91

12. Data studi kinetika adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	92
13. Penentuan waktu optimum adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	94
14. Data studi kinetika adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	95
15. Data penentuan panjang gelombang maksimum MK dengan konsentrasi 8 ppm	97
16. Data absorbansi kurva standar larutan MK	98
17. Penentuan waktu optimum adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	99
18. Data studi kinetika adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	100
19. Penentuan waktu optimum adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	102
20. Data studi kinetika adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	103
21. Penentuan waktu optimum adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	105
22. Data studi kinetika adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	106
23. Penentuan kapasitas adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	108
24. Penentuan kapasitas adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	110
25. Penentuan kapasitas adsorpsi RB oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	112
26. Penentuan kapasitas adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 dengan surfaktan (TC MCM-41)	114
27. Penentuan kapasitas adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian satu kali (C1 MCM-41)	116
28. Penentuan kapasitas adsorpsi MK oleh silika mesopori MCM-41 pencucian dua kali (C2 MCM-41)	118
29. Data desorpsi zat warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41	120

## DAFTAR ARTI LAMBANG DAN SINGKATAN

<b>Lambang/singkatan</b>	<b>Arti dan penjelasan</b>
USD	United States Dollar
RB	Rhodamin B
MK	Metanil kuning
MCM-41	<i>Mobil Composition of Matter No. 41</i>
TC MCM-41	MCM-41 dengan surfaktan
C1 MCM-41	MCM-41 pencucian satu kali
C2 MCM-41	MCM-41 pencucian dua kali
Å	Satuan panjang angstrom
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>
XRD	X-Ray Diffraction
BET	Brunauer-Emmet-Teller
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>
UV-Vis	Ultraviolet-Visible
Ppm	<i>Part per million</i>
$2\theta$	2 theta
°C	Derajat celcius
$C_0$	Konsentrasi awal
$C_e$	Konsentrasi setelah adsorpsi
$q_e$	Kapasitas adsorpsi
V	Volume
pH	Derajat keasaman
L	Liter
Abs	Absorbansi
T	Waktu
%	Persen
R	Regresi linear

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Industri tekstil merupakan salah satu sektor yang memberikan pengaruh cukup besar terhadap perekonomian Indonesia. Pada tahun 2019, Kementerian Perindustrian Republik Indonesia mengatakan bahwa industri tekstil dan produk tekstil mencatat nilai ekspor yang mencapai USD 12,9 miliar dan menyerap tenaga kerja sebanyak 3,73 juta orang. Dalam setiap tahun, pertumbuhan industri tekstil dan pakaian di Indonesia mengalami peningkatan sebesar 3,8% pada tahun 2017 dan 8,8% pada tahun 2018 dan 2019 (Badan Pusat Statistik, 2020).

Sebagian besar industri tekstil saat ini menggunakan zat warna sintetis (Benkhaya dkk., 2017; Ferreira dkk., 2017). Pesatnya perkembangan industri tekstil berbanding lurus dengan kebutuhan zat warna yang akan digunakan. Semakin banyak penggunaan zat warna, limbah yang dihasilkan juga semakin meningkat. Hal ini dapat memberikan dampak negatif apabila tidak dikelola dengan baik. Sekitar 10-15% zat warna yang telah terpakai tidak dapat digunakan kembali, sehingga limbah yang dibuang dapat mencemari lingkungan (Abo-State dkk., 2017; Gita dkk., 2017). Keberadaan zat warna dalam perairan dapat mengurangi aktivitas fotosintesis karena terhambatnya transmisi cahaya (Longhinotti dkk., 1998; Chandanshive dkk., 2018). Selain itu, limbah cair industri tekstil mengandung zat warna dengan kadar sekitar 20–30 mg/L sehingga sukar terurai (non biodegradabel) secara alami serta menyebabkan terganggunya ekosistem dalam air (Mojsov dkk., 2016).

Berdasarkan struktur kimianya, pewarna sintetis dibagi dalam beberapa golongan yaitu azo, kuinolin, triaril metana, komponen indigoid dan xanten. Zat warna Rhodamin B (RB) dan metanil kuning (MK) merupakan salah satu zat warna yang paling sering digunakan dalam industri tekstil. Zat warna RB merupakan pewarna golongan xanten (da Rosa dkk., 2018) sedangkan MK merupakan pewarna azo (Khan dkk., 2020). Selain berbahaya bagi mikroorganisme maupun hewan yang ada dalam perairan, kedua limbah zat



warna ini juga memberikan dampak buruk terhadap kesehatan manusia melalui rantai makanan (Contreras dkk., 2012). Zat warna RB bersifat karsinogenik, apabila dikonsumsi secara terus menerus akan menyebabkan kanker (Natarajan dkk., 2011), sedangkan zat warna MK dapat menyebabkan alergi, iritasi mata hingga kerusakan pada hati (Safni dkk., 2009; Zein dkk., 2019). Oleh karena itu, keberadaan zat warna RB dan MK dalam lingkungan perairan perlu dikurangi atau dihilangkan.

Berbagai metode telah digunakan untuk mengurangi limbah zat warna yang larut di dalam air seperti koagulasi (Nurhayati dkk., 2018), filtrasi membran (Guo dkk., 2016; Anggraini dan Sugito, 2019), elektroflokulasi (Kurniati dan Setiawan, 2017), elektrolisis (Afandi dkk., 2017), ozonasi (Yulianto dkk., 2020), dan adsorpsi (Konicki dkk., 2017; Aisyahlika dkk., 2018; Wang dkk., 2018; Bello dkk., 2019). Salah satu metode yang efektif digunakan untuk mengatasi pencemaran limbah zat warna adalah adsorpsi (Dutta dkk., 2018; Zhou dkk., 2019; Lu dkk., 2020). Proses adsorpsi yang baik ditentukan oleh pemilihan adsorben yang memiliki kapasitas tinggi dalam mengadsorpsi. Salah satu ciri adsorben yang baik digunakan dalam proses adsorpsi yakni memiliki pori, luas permukaan yang besar dan dapat digunakan berulang (Ahmed dkk., 2016; Gonzalez dkk., 2019; Xiao dkk., 2020).

Beberapa jenis adsorben telah digunakan oleh peneliti sebelumnya, diantaranya karbon aktif (Latupeirissa dkk., 2018), kitosan (Tanasale dkk., 2012; Subramani dan Thinakaran, 2017), lempung (*clay*) (Dewi dkk., 2017; Onola dkk., 2020), zeolit (Komariah dkk., 2017; Hastuti dkk., 2019) dan silika mesopori (Monash dan Pugazhenthii, 2010; Huang dkk., 2011; Alardhi dkk., 2020; Martin dkk., 2020). Penelitian yang dilakukan oleh Sahara dkk. (2018) menggunakan arang aktif batang tanaman gunitir teraktivasi asam fosfat dalam mengadsorpsi zat warna RB memperoleh kapasitas adsorpsi sebesar 2,6320 mg/g. Asnawati dkk. (2020) menggunakan karbon aktif limbah cangkang buah kawista dalam menyerap zat warna MY memperoleh kapasitas adsorpsi sebesar 5,48 mg/g. Penelitian selanjutnya oleh Nagappan dkk. (2019) menggunakan material MCM-41 sebagai adsorben untuk mengadsorpsi zat warna MK memperoleh daya serap maksimum sebesar 50,25 mg/g. Data ini menunjukkan bahwa material MCM-41 memiliki potensi sebagai adsorben yang lebih baik. Selain itu, Costa dkk. (2020) juga menyebutkan bahwa MCM-41 merupakan adsorben yang potensial digunakan dalam mengatasi limbah zat warna. Meskipun material

MCM-41 memberikan kapasitas adsorpsi yang baik, namun material mesopori yang disintesis masih memiliki kelemahan terhadap suhu. Salah satu cara untuk menangani hal tersebut yakni dengan menambahkan garam anorganik. Penambahan garam anorganik selama proses sintesis dapat meningkatkan stabilitas dari MCM-41 (Ryoo dan Jun, 1997). Peningkatan stabilitas termal diperlukan agar adsorben tahan terhadap suhu selama proses adsorpsi terjadi. Taba (2008) mensintesis MCM-41 menggunakan metode hidrotermal dengan menambahkan garam anorganik berupa NaCl, sedangkan Tengker dan Falah (2017) mensintesis MCM-41 menggunakan TMAOH dan garam anorganik  $K_2SO_4$  sehingga diperoleh MCM-41 dengan nilai parameter kisi yang seragam yaitu 48 Å.

Material MCM-41 merupakan salah satu jenis material mesopori. Beberapa keunggulan yang dimiliki MCM-41 diantaranya memiliki ukuran pori sempit terstruktur, luas permukaan spesifik besar ( $700-1100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ), stabilitas termal yang baik (Chew dkk., 2010; Jana dkk., 2011; Shariatinia & Zahraee, 2017 dan Cakiryilmaz dkk., 2018) serta sifatnya yang non toksik (Jesus dkk., 2015). Selain kemampuan penyerapannya, ukuran pori dari MCM-41 juga dapat disesuaikan sehingga akan lebih efektif digunakan sebagai adsorben (Kim dkk., 1998).

Pada penelitian ini, sintesis MCM-41 dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal. Bahan utama yang digunakan adalah surfaktan sebagai agen pengarah struktur dan natrium silikat. Berbagai faktor yang mempengaruhi pembentukan struktur pori dan ukuran pori dalam proses sintesis MCM-41 diantaranya jenis surfaktan yang digunakan serta parameter reaksi seperti pH dan temperatur (Beck dkk., 1992). Surfaktan yang digunakan pada penelitian ini adalah surfaktan kationik. Lin dkk (2013) mengatakan bahwa surfaktan kationik efektif dalam meningkatkan kinerja adsorben. Jenis surfaktan yang digunakan adalah setiltrimetilamonium klorida (STAK), sedangkan Ludox HS40 sebagai sumber silikat. Penambahan garam berupa NaCl juga dilakukan selama proses sintesis yang diharapkan dapat menambah efektifitas dari MCM-41 sebagai adsorben. Hasil sintesis yang diperoleh merupakan MCM-41 yang masih terdapat surfaktan (TC MCM-41). Penghilangan surfaktan dilakukan dengan cara pencucian HCL-etanol (Nagappan dkk., 2019). Pencucian dilakukan sebanyak dua kali sehingga dihasilkan 3 jenis adsorben (TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41). Ketiga adsorben tersebut diaplikasikan sebagai adsorben zat

warna RB dan MK. Uji daya serap adsorben dilakukan dengan melihat pengaruh waktu kontak dan konsentrasi adsorbat dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Studi mengenai desorpsi juga dipelajari untuk menentukan bahwa material mesopori MCM-41 dapat digunakan kembali.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini, sebagai berikut:

1. bagaimana karakteristik TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41?
2. berapakah waktu kontak optimum adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41?
3. model isoterm adsorpsi apakah yang sesuai dengan adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41?
4. berapakah kapasitas adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41?
5. bagaimana proses desorpsi zat warna RB dan MK dari silika mesopori TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini, sebagai berikut:

1. menentukan karakteristik TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41.
2. menentukan waktu kontak optimum adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41.
3. menentukan model isoterm adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41.
4. menentukan kapasitas adsorpsi zat warna RB dan MK menggunakan TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41.
5. menentukan proses desorpsi zat warna RB dan MK dari silika mesopori TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan solusi terhadap pengelolaan limbah zat warna serta memberikan informasi terkait adsorben silika

mesopori MCM-41 dalam menangani masalah pencemaran lingkungan. Bagi peneliti selanjutnya, penelitian ini diharapkan dapat dijadikan sebagai bahan referensi terkait adsorpsi zat warna oleh silika mesopori MCM-41.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Zat Warna

Zat warna merupakan senyawa organik yang mengandung gugus kromofor dan gugus ausokrom (Saba dkk., 2016). Gugus kromofor bertindak sebagai pembawa warna sedangkan gugus ausokrom berfungsi sebagai pengikat warna. Zat warna merupakan senyawa organik atau anorganik berwarna yang digunakan untuk memberi warna tekstil, minuman, obat-obatan, kosmetik, dan lain sebagainya (Fessenden dan Fessenden, 1984). Sebagian zat warna adalah racun bagi tubuh manusia, tetapi ada juga zat warna yang aman bagi manusia.

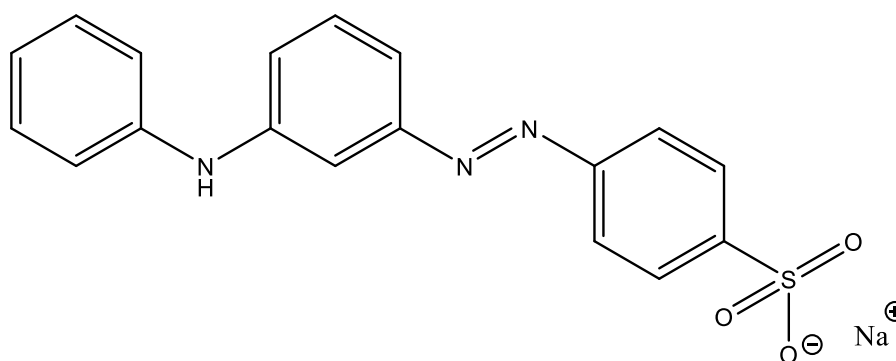
Berdasarkan sumbernya, zat warna terdiri atas zat warna alam dan zat warna sintetis. Awalnya, zat warna yang digunakan adalah zat warna alami, namun seiring perkembangan zaman zat warna yang digunakan dalam industri tekstil sebagian besar menggunakan zat warna sintetis, selain mudah diperoleh dengan komposisi yang tetap, mempunyai warna yang beragam, cara pemakaian yang mudah, harga dari zat warna jenis ini juga relatif murah. Limbah zat warna sintetis umumnya bersifat non biodegradabel, sehingga diperlukan penanganan limbah untuk mengatasi dampak negatif yang ditimbulkan khususnya dalam lingkungan perairan. Berdasarkan struktur kimianya, pewarna sintetis dibagi dalam beberapa golongan yaitu pewarna azo, pewarna nitro, pewarna indigo, pewarna antrakuinon, pewarna tripenil metil dan xanten (Benkhaya dkk., 2017). Setiap tahun, diperkirakan lebih dari 10.000 ton zat warna yang diproduksi di dunia dengan tipe yang berbeda, namun tidak diketahui jumlahnya secara pasti, 4% diantaranya merupakan zat warna reaktif yang tergolong zat warna azo (Forgacs dkk, 2004).

##### 2.1.1 Metanil kuning

Zat warna azo merupakan zat warna yang paling banyak digunakan dalam industri yang mempunyai kromofor bergugus azo ( $-N=N-$ ) yang berikatan

dengan gugus aromatik (Heaton, 1994). Penggunaan zat warna azo mencapai angka sekitar 70% dari total keseluruhan penggunaan pewarna dalam industri. Zat warna azo banyak digunakan dalam industri kosmetik, kertas, kulit dan tekstil. Apabila dibiarkan terlalu lama di lingkungan, zat warna azo akan menimbulkan masalah dalam lingkungan khususnya dalam perairan. Hal ini karena sifatnya yang toksik dan karsinogenik (Chung dkk., 1981). Kurang lebih 3.000 pewarna azo ditemukan dalam industri seperti tekstil, kosmetik, farmasi dan makanan (Anliker, 1979). Salah satu zat warna sintetik yang mengandung senyawa azo adalah MK (Khan dkk., 2020).

Zat warna MK digunakan saat proses pencelupan serat, sutra, nilon dan wol (Zein dkk., 2019) berbentuk serbuk dan warnanya kuning (Safni dkk., 2009). Zat warna ini dikenal juga dengan nama *Acid Yellow 36* yang larut dalam air. Rumus empirisnya adalah  $C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$  dengan berat molekul 375,38 g/mol (Khan dkk., 2020). Zat warna ini memiliki ukuran molekul sekitar  $18\text{\AA} \times 9\text{\AA}$  dan umumnya digunakan sebagai pewarna dalam industri tekstil (Nagappan dkk., 2019). Struktur molekul zat warna MK dapat dilihat pada Gambar 1.

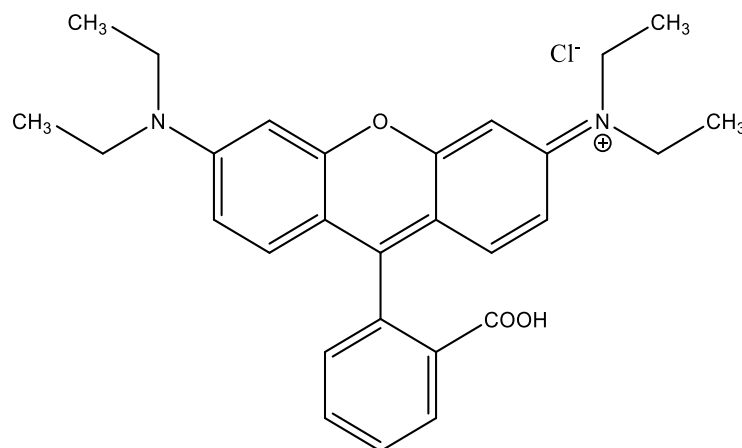


**Gambar 1.** Struktur molekul zat warna MK (Matyszczak dkk., 2019)

### 2.1.2 Rhodamin B

Zat warna RB merupakan salah satu zat warna golongan xanten basa (da Rosa dkk., 2018) yang umum digunakan dalam industri tekstil, terutama dalam industri batik. Hal ini karena harga dari zat warna RB yang ekonomis dan mudah diperoleh. Zat warna ini memiliki warna kehijauan, pada konsentrasi rendah warnanya menjadi merah terang, sedangkan pada konsentrasi tinggi menjadi merah keunguan (Kurniasih dkk., 2014). Jenis zat warna ini tergolong

berbahaya karena dapat menyebabkan kanker hingga kegagalan fungsi hati. Rumus empirisnya adalah  $C_{28}H_{31}ClN_2O_3$  dengan berat molekul 479.02 g/mol (Natarajan dkk., 2011). Struktur molekul zat warna RB dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Struktur molekul zat warna RB (Natarajan dkk., 2011)

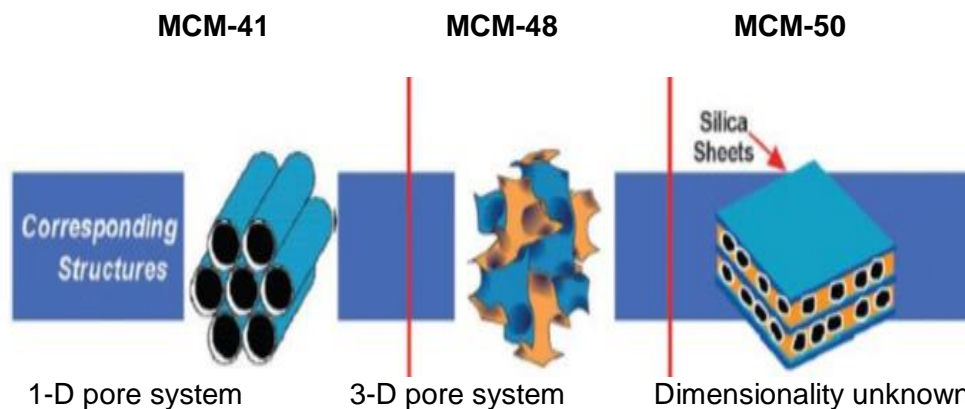
## 2.2 Silika Mesopori MCM-41

Material berpori dapat dibedakan berdasarkan ukuran porinya (Kleitz, 2002). Menurut IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), material berpori dibagi menjadi tiga klasifikasi, yaitu mikropori memiliki diameter poros kurang dari 2 nm, mesopori memiliki diameter poros antara 2 - 50 nm, dan makropori memiliki diameter poros lebih dari 50 nm (Sing dkk., 1985; Cielsa dan Schuth, 1999; Johansson, 2010).

Silika mesopori merupakan salah satu klasifikasi nanomaterial berpori yang banyak diminati di kalangan para peneliti. Hal ini karena sifat dari silika mesopori yang mengandung pori-pori yang seragam, volume pori yang besar, diameter pori dan kelompok fungsional tertentu yang disesuaikan pada permukaannya (Bagshaw dkk., 1995; Kim dkk., 1998).

Material mesopori terbagi menjadi dua jenis, yaitu kelompok material M41S (Kresge dkk., 2004) dan material zeolite berpilar (Zhao dkk., 1996). Kelompok M41S memiliki ciri khas yang berbeda-beda, seperti halnya MCM-41 (struktur heksagonal, dengan ruang kelompok simetri  $p6mm$  dan sistem pori searah), MCM-48 (menunjukkan struktur kubik dengan ruang kelompok simetri  $la3d$  dan pori-pori yang saling berhubungan dalam sistem tiga dimensi), dan

MCM-50 (dengan struktur pipih tanpa simetri ruang kelompok yang terdiri atas lapisan silika dengan adanya lapisan ganda surfaktan) (Kresge dkk., 2004). Kelompok material M41S yang meliputi MCM-41, MCM-48 dan MCM-50 diilustrasikan pada Gambar 3.



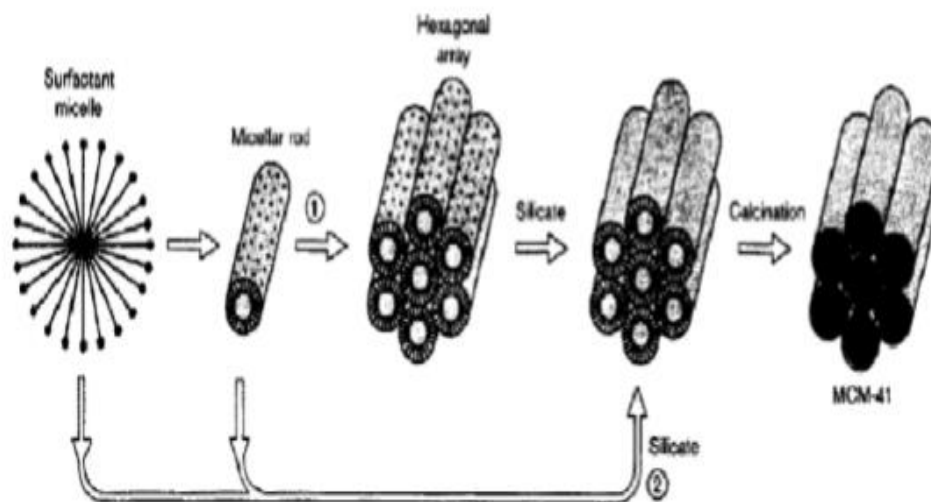
**Gambar 3.** Kelompok M41S dari mesopori *molecular sieves* meliputi MCM-41 (Hexagonal), MCM-48 (Kubik), dan MCM-50 (Stabilized lamellar) (Kresge dan Roth, 2013).

Material MCM-41 (*Mobil Composition of Matter No.41*) pertama kali disintesis tahun 1992 oleh *Mobil Oil Corporation* (Beck dkk., 1992). Material MCM-41 merupakan bahan mesopori dari kelompok M41S yang memiliki susunan pori heksagonal yang teratur dari pori-pori satu dimensi dengan diameter antara 1,5 hingga 10 nm, dan matriks silikanya seperti sarang lebah (Kim dkk., 1995). Material ini memiliki tekstur yang baik, ukuran pori sempit terstruktur, luas permukaan spesifik besar ( $700-1100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ), stabilitas termal yang baik, sifat yang relatif hidrofobik dan gugus silanol ( $-\text{Si-OH}$ ) yang banyak (Chew dkk., 2010; Jana dkk., 2011; Shariatinia dan Zahraee, 2017; Cakiryilmaz dkk., 2018). Disamping nilai non-toksitas dan kapasitas penyerapan yang tinggi (Pineda dkk., 2018; Nhavene dkk., 2018; Buan dkk., 2018), MCM-41 juga memiliki keunggulan lain yaitu ukuran porinya yang dapat disesuaikan (Bagshaw dkk., 1995; Kim dkk., 1998).

Material MCM-41 biasanya disintesis secara konvensional dengan metode hidrotermal menggunakan surfaktan kationik sebagai templet. Metode konvensional yang digunakan dalam pembuatan MCM-41 adalah pemrosesan hidrotermal dengan reagen yang ditempatkan dalam autoklaf stainless steel yang bergaris poli (tetra-floroetilena). Awalnya, MCM-41 disintesis dengan campuran



air, natrium silikat, dan asam sulfat dengan pengadukan. Campuran yang dihasilkan ditambahkan ke surfaktan untuk membentuk gel kemudian diaduk dan selanjutnya dipanaskan. Padatan yang dihasilkan dicuci dengan air, disaring dan dihilangkan template-nya (Beck dkk., 1992; Corma dkk., 1997). Ortiz dkk (2012) mensintesis MCM-41 dengan metode hidrotermal dengan variasi kondisi reaksi, seperti komposisi bahan, suhu, dan waktu reaksi. Sintesis MCM-41 diilustrasikan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Mekanisme yang terjadi dalam pembentukan MCM-41: (1) Pembentukan fasa kristal cair, (2) Penataan anion silika (Beck dkk., 1992).

Material MCM-41 dengan berbagai keunggulan yang dimiliki sangat menguntungkan untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang. Bukan hanya menggunakan material MCM-41 murni, tetapi juga telah banyak peneliti yang memodifikasi material MCM-41 dengan berbagai unsur atau senyawa untuk diterapkan dalam berbagai jenis aplikasi. Selain banyak digunakan sebagai pendukung katalis (Pradhan dkk., 2011; Sahoo dkk., 2015), material MCM-41 juga telah banyak diterapkan di bidang lingkungan (Beck dkk., 1992; Kresge dkk., 1992), khususnya dalam aplikasi sebagai adsorben (Seliem dkk., 2016). Selain itu, dalam bidang biomedik, Regi dan Balas (2008) menyatakan bahwa aplikasi silika material dalam kedokteran dan bioteknologi dipengaruhi oleh struktur, komposisi kimia pada karakter dan sifat akhir materialnya. Pemanfaatan MCM-41 dalam dunia kedokteran

dikarenakan nanopartikel MCM-41 memiliki sitotoksik yang rendah (Patil dkk., 2011).

### 2.3 Adsorpsi

Adsorpsi adalah suatu proses pemisahan dimana suatu fluida (adsorbat) berpindah ke permukaan zat padat yang menyerap (adsorben). Hal ini terjadi karena adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan padatan yang tidak seimbang (Khah dan Ansari, 2009). Proses adsorpsi memperlihatkan kemampuan adsorbat untuk menempel pada bahan penjerap. Adsorpsi secara umum adalah proses penggumpalan substansi terlarut (*soluble*) yang ada dalam larutan oleh permukaan zat atau benda penyerap, dimana terjadi suatu ikatan kimia fisika antara substansi dengan penyerapannya.

Menurut Atkins dan Paula (2006), adsorpsi dikelompokkan menjadi dua jenis, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia.

#### 1. Adsorpsi fisika

Adsorpsi fisika terjadi karena adanya gaya Van der Waals antara adsorbat dan substrat. Adsorpsi jenis ini memiliki gaya tarik Van der Waals dengan kekuatan yang relatif kecil. Molekulnya terikat sangat lemah dan energi yang dilepaskan pada adsorpsi fisika relatif rendah yaitu sekitar 20 kJ/mol. Sifat adsorpsinya adalah reversibel yaitu dapat balik atau dilepaskan kembali dengan adanya penurunan konsentrasi.

#### 2. Adsorpsi kimia

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya pembentukan ikatan kimia antara molekul dengan permukaan, sehingga molekul terikat sangat kuat dan energi yang dilepaskan pada adsorpsi kimia sekitar 200 kJ/mol. Adsorpsi jenis ini menyebabkan terbentuknya ikatan secara kimia sehingga diikuti dengan reaksi kimia, maka adsorpsi jenis ini akan menghasilkan produksi reaksi berupa senyawa yang baru. Ikatan kimia yang terjadi pada kemisorpsi sangat kuat mengikat molekul gas atau cairan dengan permukaan padatan sehingga sangat sulit untuk dilepaskan kembali (irreversibel). Dapat diartikan bahwa pelepasan kembali molekul yang terikat di adsorben pada kemisorpsi sangat kecil.

Adsorpsi merupakan salah satu metode fisika yang banyak dipergunakan untuk mengolah limbah dengan kandungan zat pewarna karena mempunyai sifat mudah digunakan, efisien dan rendah kebutuhan energi, serta dapat menggunakan berbagai jenis adsorben (Teng dan Low, 2012). Adsorpsi

merupakan alternatif terbaik untuk mengatasi pencemaran zat warna (Figueiredo dkk., 2000). Beberapa parameter khusus yang memengaruhi proses adsorpsi yaitu berat molekul adsorben, struktur molekul, pH larutan efluen, luas permukaan adsorben, temperatur proses, jumlah adsorben, dan waktu kontak proses (Zheng dkk., 2010; Bath dkk., 2012). Kapasitas adsorpsi pada sistem dinamis dipengaruhi oleh laju alir influen, massa adsorben, pH (Meneghetti dkk., 2010), waktu kontak, konsentrasi efluen, dan volume efluen (Nwabanne dan Igbokwe, 2012). Nilai kapasitas adsorpsi suatu adsorben terhadap adsorbat dihitung dari perbedaan kadar awal sebelum dan setelah proses adsorpsi menggunakan persamaan 1 (Zhao dkk., 2013):

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (1)$$

dimana  $q_e$  adalah massa zat warna teradsorpsi pada kesetimbangan (mg/g),  $C_0$  adalah konsentrasi awal zat warna (mg/L),  $C_e$  adalah konsentrasi kesetimbangan (mg/L),  $V$  adalah volume larutan (L) dan  $m$  adalah massa adsorben (g).

Menurut Atkins dan Paula (2006), beberapa mekanisme yang terjadi pada proses adsorpsi, antara lain: molekul-molekul adsorbat berpindah dari fase bagian terbesar larutan ke permukaan, yaitu lapisan film yang melapisi permukaan adsorben; molekul adsorbat dipindahkan dari permukaan ke permukaan luar dari adsorben, molekul-molekul adsorbat dipindahkan dari permukaan luar adsorben menyebar menuju pori-pori adsorben. Fase ini disebut dengan difusi pori; dan molekul adsorbat menempel pada permukaan pori-pori adsorben.

### 2.3.1 Kinetika adsorpsi

Kinetika kimia merupakan studi yang digunakan untuk mengetahui kecepatan reaksi percobaan, serta cara menentukan laju reaksi dan faktor yang mempengaruhinya. Reaksi akan berjalan cepat pada awal reaksi dan semakin lambat setelah penambahan waktu tertentu dan akan berhenti pada waktu yang tak terhingga (Sukardjo, 2002).

Studi kinetika adsorpsi menggambarkan tingkat penyerapan zat terlarut yang ditentukan dari waktu serapan adsorbat pada antarmuka padatan-larutan dalam proses difusi. Model kinetika adsorpsi dapat dianalisis menggunakan

persamaan kinetika orde satu semu dan persamaan kinetika orde dua semu. Model kinetika reaksi orde satu semu dinyatakan dalam persamaan 2:

$$\ln (q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (2)$$

dimana  $q_e$  merupakan kapasitas adsorpsi pada keseimbangan (mg/g), dan  $q_t$  adalah kapasitas adsorpsi pada waktu  $t$  (mg/g),  $t$  adalah waktu (menit), dan  $k_1$  merupakan konstanta kecepatan adsorpsi orde satu semu ( $\text{min}^{-1}$ ). Model kinetika reaksi orde dua semu dinyatakan dalam persamaan 3:

$$\frac{t}{qt} = \frac{t}{q_e} + \frac{1}{k_2 q^2} \quad (3)$$

dimana  $k_2$  adalah konstanta kecepatan orde dua semu (g/mg.menit).

### 2.3.2 Isoterm adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi zat terlarut yang teradsorpsi pada padatan dengan konsentrasi larutan pada suhu tetap. Konsentrasi dinyatakan dalam satuan massa seperti bagian per sejuta (*parts per million, ppm*) untuk zat cair. Konsentrasi gas dinyatakan dalam persen mol atau tekanan parsial, sedangkan konsentrasi adsorben untuk zat padat dinyatakan sebagai massa yang teradsorpsi per satuan massa adsorben awal. Isoterm adsorpsi dapat digunakan untuk mempelajari mekanisme adsorpsi suatu zat (Saba dkk., 2016).

Ada beberapa model isoterm adsorpsi yang dikembangkan untuk mendeskripsikan interaksi antara adsorben dan adsorbat. Model isoterm adsorpsi yang paling umum dan banyak digunakan dalam adsorpsi adalah isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich (Toor & Jin., 2012). Berikut ini persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich oleh Potgieter (1991), dinyatakan berturut-turut sebagai persamaan (4) dan (5).

$$\frac{c_e}{q_e} = \frac{1}{q_{\max}} c_e + \frac{1}{q_{\max} b} \quad (4)$$

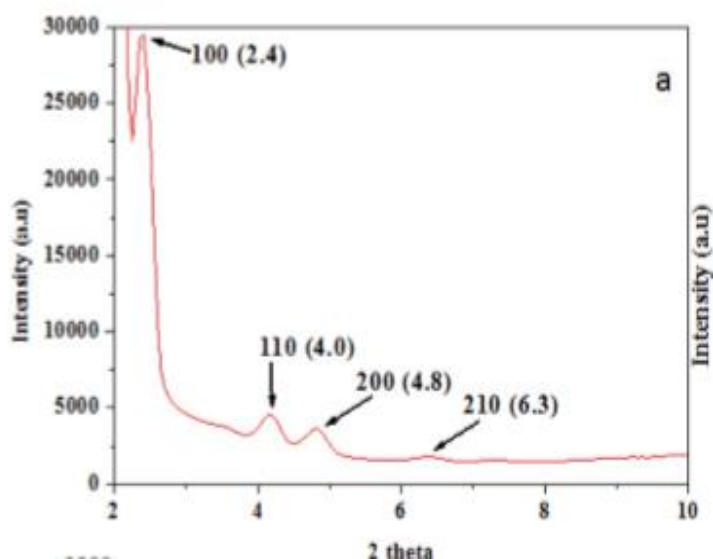
$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \ln c_e \quad (5)$$

dimana  $q_e$  adalah kapasitas adsorpsi (mg/g),  $q_m$  adalah kapasitas adsorpsi maksimum,  $c$  adalah konsentrasi adsorbat saat kesetimbangan terjadi (mg/L),  $b$  dan  $n$  adalah intensitas adsorpsi (L/mg).

## 2.4 Instrumentasi

Material mesopori MCM-41 dapat diidentifikasi dengan beberapa teknik yang berbeda seperti *X-Ray Diffraction* (XRD) (Sohrabnezhad dkk., 2017), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) (Molaei dkk., 2018), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Bernal dkk., 2019) dan  $N_2$  adsorpsi-desorpsi (Mukherjee dkk., 2019).

Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan perubahan struktur kristal MCM-41 yang disebabkan oleh variasi dalam parameter sintesis. Kristogram menunjukkan empat puncak yang diindeks dengan intensitas yang menurun (100), (110), (200), dan (210) karakteristik bahan mesopori dengan pengaturan jaringan heksagonal yang didefinisikan dengan baik (MCM-41) (Kumar dkk., 2001; Tayebbe dkk., 2015). Difraktogram dari hasil sintesis MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Difraktogram MCM-41 (Kresge dkk., 1992)

FTIR menyajikan beberapa pita serapan khas yang berguna dalam karakterisasi MCM-41: peregangan ikatan OH molekul air teradsorpsi dalam matriks mesopori, serta peregangan gugus silan (Si-OH) ( $3435\text{ cm}^{-1}$ ); pemanjangan ikatan OH dari molekul air ( $1647\text{ cm}^{-1}$ ); getaran Si-O-Si asimetris ( $1085\text{ cm}^{-1}$ ); getaran Si-O-Si simetris ( $802\text{ cm}^{-1}$ ); menekuk Si-O-Si ( $470\text{ cm}^{-1}$ ) (Costa dkk., 2017). Efisiensi proses kalsinasi atau ekstraksi

templat dilihat dari tidak adanya pita yang terkait dengan surfaktan organik di permukaan mesopartikel.

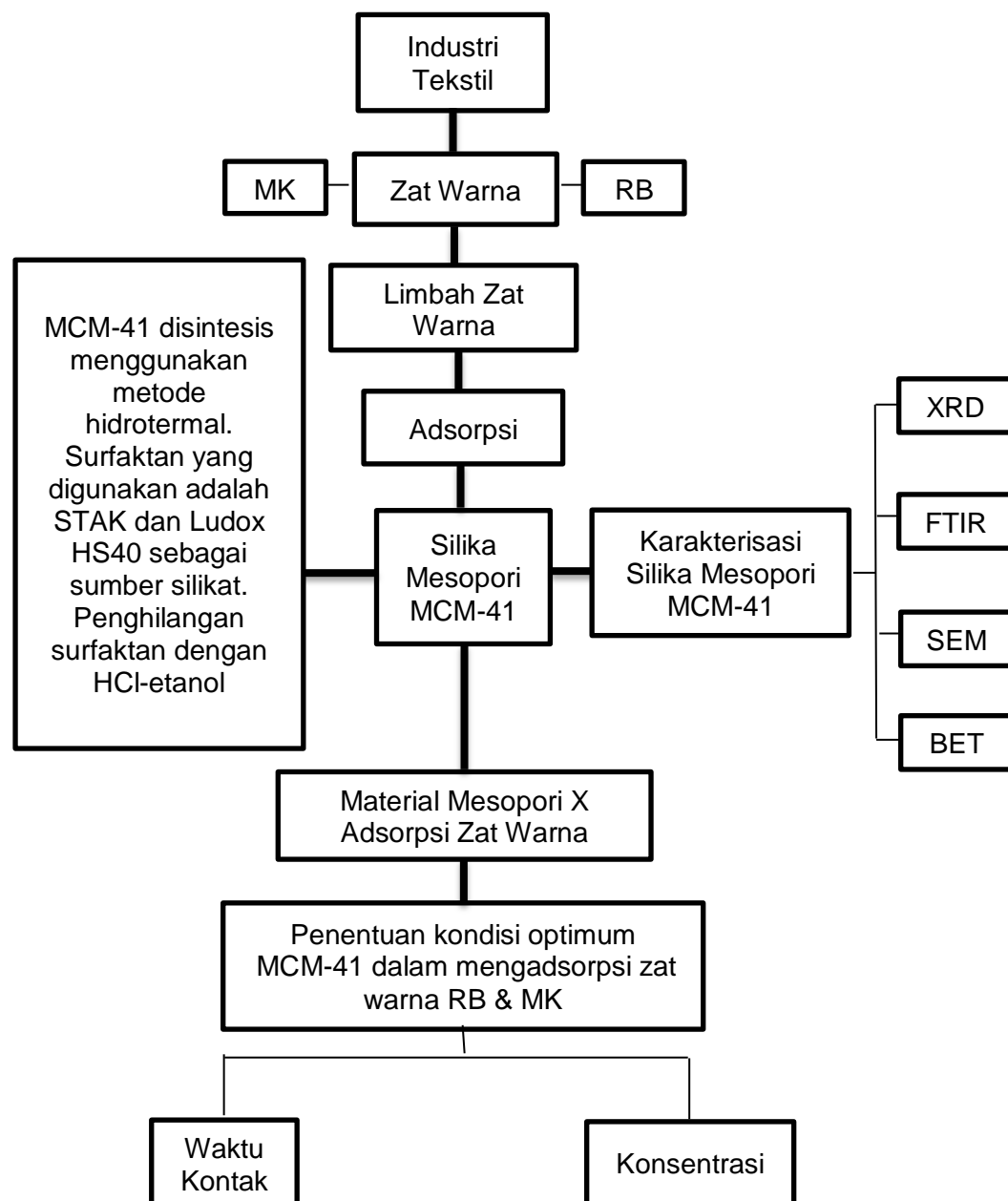
SEM merupakan mikroskop yang berfungsi untuk melihat permukaan baik itu topografi dan morfologi dari sampel yang diteliti. SEM memiliki perbesaran 10–3000000 kali dengan resolusi sebesar 1–10 nm. Metode adsorpsi desorpsi gas nitrogen digunakan untuk mengetahui sifat tekstur bahan, yang meliputi: luas permukaan, volume pori, ukuran dan distribusi pori. Luas permukaan biasanya dihitung menggunakan data tekanan relatif dengan metode Brunauer-Emmett-Tellet (BET) (Brunauer dkk., 1938).

## 2.5 Kerangka Pikir

Saat ini industri tekstil mengalami perkembangan yang pesat sehingga kebutuhan akan zat warna juga mengalami peningkatan. Zat warna RB dan MK merupakan salah satu pewarna dasar penting yang paling banyak digunakan dalam industri tekstil. Sifatnya yang toksik dan karsinogenik menyebabkan zat warna ini tidak boleh dibiarkan terlalu lama berada dalam perairan. Berbagai penelitian telah dilakukan untuk mengatasi permasalahan limbah cair pada industri tekstil. Salah satu metode yang efektif digunakan dalam mengatasi pencemaran limbah cair zat warna adalah adsorpsi. Metode adsorpsi telah banyak dikembangkan oleh peneliti sebelumnya. Beberapa ciri adsorben yang potensial yakni memiliki pori, luas permukaan besar, dan memiliki situs aktif.

Material MCM-41 dengan berbagai keunggulan yang dimiliki, diantaranya karakteristik pori yang seragam, luas permukaan yang besar dan stabilitas termal yang baik. Hal ini menarik perhatian peneliti untuk mengembangkan MCM-41 sehingga dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti: katalis, biomedik dan adsorpsi. Material MCM-41 disintesis menggunakan metode hidrotermal. Bahan utama yang digunakan adalah setiltrimetilamonium klorida (STAK) sebagai surfaktan untuk pengarah struktur dan ludox HS40 sebagai sumber silikat. Penambahan garam anorganik berupa NaCl selama proses sintesis bertujuan untuk meningkatkan stabilitas dari material mesopori MCM-41. Hal ini didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Tengker dan Falah (2017) bahwa penambahan garam anorganik selama proses sintesis dapat meningkatkan stabilitas hidrotermal MCM-41. Penghilangan surfaktan dilakukan dengan pencucian menggunakan HCl-etanol. Adsorben yang dihasilkan yaitu

TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41 yang kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, SEM dan BET. Uji daya serap MCM-41 terhadap zat warna RB dan MK dilakukan dengan melihat pengaruh waktu kontak dan konsentrasi adsorbat dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. MCM-41 diharapkan dapat dijadikan sebagai solusi dalam mengatasi pencemaran lingkungan khususnya limbah cair zat warna. Kerangka pikir penelitian disajikan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Kerangka pikir penelitian

## 2.6 Hipotesis

Adapun hipotesis yang dapat diajukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. silika mesopori MCM-41 memiliki luas permukaan yang besar setelah dilakukan pencucian HCl-etanol.
- b. adsorpsi zat warna RB dan MK dapat dilakukan dalam kondisi optimum. Kinetika reaksi zat warna RB dan MK mengikuti model kinetika orde dua semu.
- c. model isoterm adsorpsi zat warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41 mengikuti model isoterm Langmuir.
- d. kapasitas adsorpsi zat warna RB dan MK oleh TC MCM-41, C1 MCM-41 dan C2 MCM-41 cukup besar.
- e. material mesopori MCM-41 dapat digunakan kembali berdasarkan data desorpsi yang diperoleh.



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen dengan mensintesis silika mesopori MCM-41 menggunakan metode hidrotermal, serta diaplikasikan sebagai adsorben terhadap zat warna RB dan MK.

#### 3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari 2021 sampai April 2022 di Laboratorium Kimia Fisika Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin, Laboratorium Kimia Terpadu Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin, Laboratorium Teknik Pertambangan Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin, Laboratorium Mikrostruktur Fakultas Teknik Universitas Muslim Indonesia, dan Laboratorium Karakterisasi Lanjut I Kimia, Puspiptek, Serpong.

#### 3.3 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.3.1 Alat penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas kimia yang sering digunakan dalam laboratorium, neraca analitik (*Ohaus*), botol *polypropylene*, batang pengaduk, magnetik stirrer (*cole-palmer*), oven (*spnisosfd*), termometer, aluminium foil, penyaring Buchner, dan pompa vakum (ABM tipe 4EK F6 3CX-4). Karakterisasi MCM-41 digunakan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red (FT-IR) Prestige-21 (Shimadzu)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, spektrometer UV-visibel (Spektronik 20 D<sup>+</sup>) dan Difraktometer sinar-X (*Rigaku*) dan analisis N<sub>2</sub> dengan metode Brunauer Emmett Teller (*Micromeritics TriStar II 3020*).