

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI (MCM-41)  
SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA METIL JINGGA**

**ALIF FATURRAHMAN**

**H031191052**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI (MCM-41)  
SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA METIL JINGGA**

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

**Oleh**

**ALIF FATURRAHMAN**

**H031191052**



**MAKASSAR**

**2023**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA MESOPORI  
(MCM-41) SEBAGAI ADSORBEN ZAT WARNA METIL JINGGA**

**Disusun dan diajukan oleh:**

**ALIF FATURRAHMAN**

**H031 19 1052**

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana Program Studi  
Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Hasanuddin  
Pada 6 Juni 2023  
dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

Menyetujui,

**Pembimbing Utama**



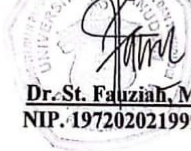
**Prof. Paulina Taba, M.Phil., Ph.**  
NIP. 195711151988102001

**Pembimbing Pertama**



**Dr. St. Fauziah, M.Si**  
NIP. 197202021999032002

**Ketua Program Studi**



**Dr. St. Fauziah, M.Si**  
NIP. 197202021999032002

## PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Alif Faturrahman  
NIM : H031191052  
Program Studi : Kimia  
Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-41) Sebagai Adsorben Zat Warna Metil Jingga" 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, 8 Juni 2023

Yang Menyatakan,

  
Alif Faturrahman

## PRAKATA

*Bismillahirrahmanirrahim*

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga prproposal penelitian dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori (MCM-41) Sebagai Adsorben Zat warna metil Jingga**” 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, Ibu **Dr. St. Fauziah, M.Si** dan Ibu **Dr. Nur Umriani Permatasari, S.Si, M.Si** serta seluruh Dosen Kimia yang telah memberikan ilmunya kepada penulis dan Staf Departemen Kimia yang

telah banyak membantu penulis.

2. Tim Penguji, bapak **Dr. Maming, M.Si**, ibu **Dr. Herlina Rasyid, S.Si**, ibu **Dr. Rugaiyah A. Arfah, M.Si** dan ibu **Bulkis Musa, 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, Ayahanda Ir.Nasrul. S.T dan Abd.Muthallib dan ibunda Indrawati Rawi, S.P.,M.Si dan Hasmawati, serta Musdalifa dan Shakila yang selalu mendukung dan mendampingi perjuangan penulis dalam menyelesaikan pendidikan ini.
5. Untuk teman-teman penulis **Shabir** dan **Mahdis** yang selalu menemani dan kebersamai dalam menyelesaikan penelitian.
6. Rekan-rekan **Lab. Kimia Fisik**.
7. Teman-teman Kimia 2019, kakak Kimia 2016, 2017, dan 2018 dan kakak peneliti S2 yang telah membimbing dan mendampingi dalam menyelesaikan penelitian
8. Serta ucapan terima kasih kepada pihak-pihak lain yang telah memberikan bantuan secara langsung ataupun 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 perbaikandan 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, 2022

Penulis

## ABSTRAK

Perkembangan industri tekstil memberikan dampak positif terhadap perkembangan dan kemajuan negara. Seiring dengan peningkatan produksi, Limbah zat warna yang dihasilkan juga meningkat. Penanganan limbah dapat dilakukan dengan menggunakan metode adsorpsi. Salah satu adsorben yang memiliki kemampuan yang baik dalam mengadsorpsi zat warna ialah Silika mesopori (MCM-41). Silika mesopori (MCM-41) berhasil disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal. Pola difraktogram material (MCM-41-TC dan MCM-41-C) menunjukkan puncak karakteristik pada  $2\theta$  sekitar  $2,41^{\circ}$  (100),  $3,97^{\circ}$  (110) dan  $4,38^{\circ}$  (200) yang sesuai dengan karakteristik simetri heksagonal 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 menunjukkan adanya aglomerat partikel yang berbentuk bola dan memiliki permukaan yang halus yang sesuai dengan karakteristik material MCM-41 yang telah dilaporkan. Data adsorpsi-desorpsi  $N_2$  menunjukkan bahwa luas permukaan spesifik ( $464,03 \text{ m}^2/\text{g}$ ), volume ( $0,19 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) dan diameter pori ( $1,21 \text{ nm}$ ) MCM-41-C lebih besar dibandingkan dengan MCM-41-TC ( $248,99 \text{ m}^2/\text{g}$ ), ( $0,10 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) dan ( $1,10 \text{ nm}$ ). Hasil adsorpsi terhadap zat warna metil jingga (MJ) menunjukkan bahwa MCM-41-C memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi sebesar  $250 \text{ mg/g}$  sedangkan MCM-41-TC hanya mampu mengadsorpsi sebesar  $149,25 \text{ mg/g}$ . 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, metil jingga, kapasitas adsorpsi, isoterm adsorpsi, kinetika adsorpsi.



## ABSTRACT

The development of the textile industry has a positive impact on the development and progress of the country. Along with the increase in production, the dye waste produced also increases. Waste handling can be done by using the adsorption method. 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 material diffractogram patterns (MCM-41-TC and MCM-41-C) show characteristic peaks at  $2\theta$  around  $2.41^{\circ}$  (100),  $3.97^{\circ}$  (200), and  $4.38^{\circ}$  (200) which correspond to the hexagonal symmetry characteristics of 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 indicated the presence of spherical particle agglomerates with smooth surfaces that match the characteristics of the MCM-41 material that has been reported.  $N_2$  adsorption-desorption data showed that the specific surface area ( $464.03 \text{ m}^2/\text{g}$ ), volume ( $0.19 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) and pore diameter ( $1.21 \text{ nm}$ ) of MCM-41-C were larger than that of MCM-41-TC ( $248.99 \text{ m}^2/\text{g}$ ), ( $0.10 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) and ( $1.10 \text{ nm}$ ). The adsorption results for methyl orange (MO) showed that MCM-41-C had the highest adsorption capacity of  $250 \text{ mg/g}$  while MCM-41-TC was only able to adsorb  $149.25 \text{ mg/g}$ . Both adsorbents follow pseudo second order adsorption kinetics and Langmuir adsorption isotherm. The adsorption of MCM-41-TC and MCM-41-C was influenced by silanol groups (Si-OH) and ammonium groups derived from STAK surfactant solution.

**Keywords** :Synthesis, silica mesoporous, MCM-41, adsorption, methyl orange, adsorption capacity, adsorption isotherm, adsorption kinetics.

## DAFTAR ISI

|                                       | <b>Halaman</b> |
|---------------------------------------|----------------|
| PRAKATA.....                          | v              |
| ABSTRAK.....                          | viii           |
| ABSTRACT.....                         | ix             |
| DAFTAR ISI.....                       | x              |
| DAFTAR GAMBAR.....                    | xiii           |
| DAFTAR TABEL.....                     | xv             |
| DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN..... | xvii           |
| BAB I PENDAHULUAN.....                | 1              |
| 1.1 Latar Belakang.....               | 1              |
| 1.2 Rumusan Masalah.....              | 6              |
| 1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian..... | 6              |
| 1.3.1 Maksud penelitian.....          | 6              |
| 1.3.2 Tujuan Penelitian.....          | 7              |
| 1.4 Manfaat Penelitian.....           | 7              |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....          | 8              |
| 2.1 Zat Warna Metil Jingga.....       | 8              |
| 2.2 Adsorpsi.....                     | 9              |
| 2.2.1 Kinetika Adsorpsi.....          | 10             |
| 2.2.2 Isoterm Adsorpsi.....           | 12             |
|                                       | x              |

|  |    |
|--|----|
| 2.3 Silika Mesopori (MCM-41) .....   | 16 |
| 2.3.1 Sintesis MCM-41 .....  | 16 |
| 2.3.2 Karakterisasi MCM-41.....  | 19 |
| BAB III METODE PENELITIAN.....   | 21 |
| 3. 1 Bahan Penelitian.....   | 21 |
| 3.2 Alat Penelitian.....   | 21 |
| 3.3 Waktu dan Tempat Penelitian .....  | 21 |
| 3.4 Prosedur Penelitian.....   | 22 |
| 3.4.1 Sintesis Silika Mesopori MCM-41.....                                     | 22 |
| 3.4.2 Karakterisasi MCM-41.....  | 23 |
| 3.4.3 Pembuatan Larutan Induk Metil jingga 1000 ppm.....                       | 24 |
| 3.4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....                               | 24 |
| 3.4.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Zat Warna Metil<br>jingga..... | 24 |
| 3.4.6 Penentuan Waktu Optimum dan Kinetika Adsorpsi .....                      | 24 |
| 3.4.7 Penentuan Kapasitas Adsorpsi .....                                       | 25 |
| 3.4.8 Desorpsi zat warna MJ .....  | 25 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....  | 27 |
| 4.1 Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori MCM-41.....                     | 27 |
| 4.1.1 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD) MCM-41 .....                             | 27 |
| 4.1.2 Hasil Karakterisasi FTIR MCM-41 .....                                    | 29 |
| 4.1.3 Hasil Karakterisasi SEM Terhadap MCM-41 .....                            | 30 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....  | 45 |

|                      |    |
|----------------------|----|
| 5.1 Kesimpulan ..... | 45 |
| 5.2 Saran.....       | 45 |
| DAFTAR PUSTAKA ..... | 46 |

## DAFTAR GAMBAR

| <b>Gambar</b>   | <b>Halaman</b> |
|---|----------------|
| 1. Struktur kimia metil jingga .....  | 9              |
| 2. Grafik klasifikasi isoterm adsorpsi.....   | 13             |
| 3. Mekanisme pembentukan MCM-41 .....   | 18             |
| 4. Pola difraksi sinar-X MCM-41 yang disintesis dan komersial .....   | 19             |
| 5. Morfologi SEM dari MCM-41 .....  | 20             |
| 6. Pola difraksi sinar-X dari (a) MCM-41-TC dan (b) MCM-41-C.....   | 28             |
| 7. Spektrum FTIR MCM-41-TC dan MCM-41-C .....   | 29             |
| 8. Tipikal morfologi (a) MCM-41-TC dan (b) MCM-41-C.....  | 31             |
| 9. Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> .....   | 32             |
| 10. Jumlah MJ yang diadsorpsi Vs waktu kontak.....  | 33             |
| 11. Kinetika orde satu semu adsorpsi MJ oleh material MCM-41 .....  | 34             |
| 12. Kinetika orde dua semu adsorpsi MJ oleh material MCM-41 .....   | 35             |
| 13. Isoterm adsorpsi MJ oleh material MCM-41 .....  | 36             |
| 14. Plot isotermal Langmuir metil jingga persamaan linear .....   | 38             |
| 15. Plot isotermal Freundlich metil jingga persamaan linear.....  | 38             |
| 16. Plot isotermal sips metil jingga persamaan linear.....  | 39             |
| 17. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich dan Sips dari persamaan non-linear (program solver) pada metil jingga menggunakan adsorben MCM-41-TC ..... | 40             |
| 18. Pemodelan isoterm Langmuir, Freundlich dan Sips dari persamaan non-linear (program solver) pada metil jingga menggunakan adsorben MCM-41-C.....   | 40             |

|   |    |
|---|----|
| 19. Spektrum FTIR MCM-41-TC+MJ dan MCM-41-C+MJ .....          | 41 |
| 20. Ilustrasi interaksi antara adsorben dan zat warna MJ..... | 43 |
| 21. Desorpsi zat warna MJ .....                               | 44 |

## DAFTAR TABEL

| <b>Tabel</b>   | <b>Halaman</b> |
|--|----------------|
| 1. Luas permukaan dan pori material hasil sintesis.....  | 32             |
| 2. Perbandingan konstanta orde satu semu dan orde dua semu adsorpsi zat warna MJ oleh MCM-41-TC dan MCM-41-C.....                | 36             |
| 3. Perbandingan jumlah MJ yang diadsorpsi .....  | 37             |
| 4. Parameter isoterm adsorpsi zat warna metil jingga oleh MCM-41 TC dan MCM-41-C dari persamaan linear .....                     | 42             |
| 5. Parameter isoterm adsorpsi zat warna metil jingga oleh MCM-41-TC dan MCM-41-C dari persamaan non-linear (program solver)..... | 42             |

## DAFTAR LAMPIRAN

| <b>Lampiran</b>   | <b>Halaman</b> |
|---|----------------|
| 1. Diagram alir penelitian.....                                   | 32             |
| 2. Dokumentasi Penelitian .....                                   | 59             |
| 3. Data karakteristik FTIR.....                                   | 64             |
| 4. Data karakteristik BET.....                                    | 68             |
| 5. Data penentuan panjang gelombang maksimum.....                 | 69             |
| 6. Data absorbansi kurva standar larutan MJ .....                 | 70             |
| 7. Penentuan waktu optimum adsorpsi zat warna MJ oleh MCM-41-TC.. | 71             |
| 8. Data studi kinetika adsorpsi MJ oleh MCM-41-TC.....            | 72             |
| 9. Penentuan waktu optimum adsorpsi MJ oleh MCM-41-C .....        | 74             |
| 10. Data studi kinetika adsorpsi MJ oleh MCM-41-C .....           | 75             |
| 11. Penentuan kapasitas adsorpsi MJ oleh MCM-41-TC.....           | 77             |
| 12. Isoterm adsorpsi MCM-41-TC.....                               | 78             |
| 13. Penentuan kapasitas adsorpsi MJ oleh MCM-41-C .....           | 82             |
| 14. Isoterm adsorpsi MCM-41-C .....                               | 83             |
| 15. Data desorpsi zat warna MJ oleh MCM-41-TC dan MCM-41-C .....  | 88             |



## DAFTAR ARTI SIMBOL DAN SINGKATAN

| <b>Simbol/Singkatan</b> | <b>Arti</b>   |
|-------------------------|---|
| Aglomerasi              | penumpukan zat menjadi satu                           |
| BV10                    | zat warna rhodamin B                                  |
| BY28                    | zat warna basic yellow                                |
| $C_e$                   | konsentrasi kesetimbangan fase air dari adsorbat      |
| MCM-41                  | <i>Mobil Composition of Matter number 41</i>          |
| MCM-48                  | <i>Mobil Composition of Matter number 48</i>          |
| MCM-50                  | <i>Mobil Composition of Matter number 50</i>          |
| $Q^0$                   | kapasitas adsorpsi lapisan tunggal                    |
| $q_e$                   | konsentrasi kesetimbangan fase adsorben dari adsorbat |
| STAK                    | setiltrimetilamonium klorida                          |

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Salah Satu industri prioritas di negara Indonesia adalah industri tekstil. Industri ini memegang peran yang sangat penting dalam perkembangan dan kemajuan negara. Perkembangan ini menunjukkan peningkatan taraf hidup masyarakat dari sisi tenaga kerja, penyumbang devisa negara dan sebagai industri terdepan dalam memenuhi kebutuhan sandang nasional. Hal tersebut dibuktikan dengan data oleh Badan Pusat Statistik (2022) yang ditandai dengan terjadinya peningkatan ekspor yang total kumulatifnya pada tahun 2021 mencapai 322,6 ribu ton. Pencapaian ini menjadi indikator bahwa industri tekstil merupakan industri terpenting serta ujung tombak pada peningkatan perekonomian bangsa (Kurniawaty, 2016).

Limbah cair yang dihasilkan dari produksi tekstil berbanding lurus dengan laju peningkatan dan perkembangan industri tekstil di Indonesia. Peningkatan limbah yang bersifat dominan tentunya akan berdampak negatif pada lingkungan. Polutan pencemaran ini apabila tidak diolah terlebih dahulu dan langsung saja dilepaskan ke lingkungan akan menyebabkan masalah serius bagi lingkungan tersebut (Priya, 2011). Air limbah tekstil mengandung zat warna yang memiliki intensitas warna yang tinggi. Zat warna dengan berbagai variasi konsentrasi yang terdapat dalam limbah tekstil tersebut merupakan komponen utama yang bertanggung jawab terhadap rendahnya kualitas air. Beberapa zat warna tersebut

dapat dikategorikan sebagai racun yang bersifat karsinogenik dan mutagenik pada kehidupan perairan dan manusia (Haryono dkk., 2018).

Zat warna yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil (60-70%) ialah senyawa azo (Nurlaili dkk., 2017). Senyawa ini jika terakumulasi terlalu lama di dalam perairan akan berbahaya bagi kesehatan yang disebabkan oleh sifatnya yang mutagenik dan karsinogenik. Dampak lainnya yang akan ditimbulkan ialah dapat menghambat masuknya sinar matahari yang menyebabkan aktivitas fotosintesis mikroalga dapat terhambat. Selain itu, pasokan oksigen dalam air dapat terhambat sehingga memicu aktivitas mikroorganisme anoksik-anaerobik yang menghasilkan produk berbau. Perombakan senyawa azo secara anaerobik pada dasar perairan dapat menghasilkan senyawa amina aromatik yang lebih beracun lagi (van der Zee, 2002).

Berbagai upaya telah dilakukan untuk menurunkan pencemaran limbah tekstil, seperti biodegradasi (Komarawidjaja, 2007), pengendapan (Tatsi dkk., 2003), oksidasi fenton (Priyadi dan Ratni 2019), degradasi fotokimia (Mustikasari, 2019) dan ozonisasi (Ridho dkk., 2018). Upaya yang telah dilakukan belum efektif dan kurang efisien. Hal ini disebabkan oleh banyaknya komposisi variabel limbah tekstil yang sulit diatasi seperti sulitnya limbah untuk terikat atau bereaksi dengan penjerapnya. Atas dasar ini, suatu langkah efisien dibutuhkan untuk menangani limbah tekstil. Langkah-langkah tersebut harus menggunakan bahan kimia dan ruang sekecil mungkin (Koby dkk., 2003).

Salah satu metode yang digunakan dalam mengatasi limbah tekstil yang dapat digunakan adalah adsorpsi. Adsorpsi merupakan teknik fisika-kimia dimana terjadi perpindahan massa diantara fase cair dan padat (Yuwei dan Jianlong, 2011).

Adsorpsi dapat juga diartikan terakumulasinya senyawa pada permukaan (*interface*) antar dua fasa (Darmansyah dkk., 2016). Substansi yang terserap disebut adsorbat sedangkan material penyerap disebut adsorben (Horinek dkk., 2009).

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan menggunakan jenis adsorben diantaranya ialah karbon aktif dan zeolit dalam mengadsorpsi zat warna metil jingga. Penelitian oleh Ariyanto dkk. (2021) menggunakan karbon aktif sebagai adsorben terhadap zat warna metil jingga. Hasil penelitian ini menunjukkan adsorpsi zat warna sebesar 45% dengan jumlah zat warna metil jingga yang diadsorpsi sebesar 3,77 mg/g. Penelitian lainnya yang dilakukan oleh Bensalah dkk. (2019) menggunakan zeolit sintesis sebagai adsorben terhadap metil jingga. Hasil penelitian didapatkan jumlah metil jingga yang diadsorpsi hingga 102,14 mg/g dengan konsentrasi larutan metil jingga sebesar 200 mg/L. Sedangkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Ngapa dan Ika (2020) dengan menggunakan zeolit alam sebagai adsorben didapatkan jumlah metil jingga yang diadsorpsi sebesar 3,935 mg/g pada konsentrasi larutan 400 mg/L.

Hasil adsorpsi dipengaruhi oleh jenis pori dari material yang digunakan. Material berpori seperti zeolit dan karbon aktif mempunyai struktur pori yang kompleks serta memiliki ukuran heterogen. Karbon aktif sangat umum digunakan dalam pemilihan jenis adsorben. Adsorben ini memiliki struktur yang berbeda-beda yaitu terbentuk oleh beragam mikropori, mesopori, dan makropori. Struktur yang beragam ini menyebabkan keefektifannya berkurang (Corma dkk., 1997).

Salah satu adsorben yang memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik ialah MCM-41. Hal ini dapat ditunjukkan berdasarkan penelitian yang telah

dilakukan oleh Ho dkk. (2003) yang menggunakan MCM-41 sebagai adsorben metilen biru yang dapat mengadsorpsi hingga 54 mg/g. Adsorpsi zat warna BY28 (zat warna *basic yellow*) dengan menggunakan MCM-41 oleh Khaled dkk. (2022) menunjukkan jumlah zat warna yang diadsorpsi sebesar 158,48 mg/g. Hasil yang ditunjukkan oleh Juang dkk. (2006) dimana material MCM-41 mengadsorpsi zat warna BV10 (zat warna rhodamin B) yang menunjukkan jumlah zat warna yang diadsorpsi sebesar 500 mg/g. Penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa MCM-41 memiliki kapasitas yang besar sehingga sangat potensial dimanfaatkan sebagai adsorben dalam mengatasi permasalahan pencemaran zat warna di lingkungan.

Ilmuan pada *Mobil Oil Corporation* menemukan silika mesopori dengan volume pori serta luas permukaan yang tinggi (Beck dkk. 1992). Silika mesopori merupakan salah satu material mesopori dan termasuk dalam kategori M41S yang terdiri atas MCM-41 (*Mobil Composition of Matter number 41*) dengan struktur heksagonal yang memiliki ukuran pori 1,5 hingga 10 nm. Material ini diunggulkan oleh sifatnya yang dapat memberikan akses kepada molekul yang relatif berukuran besar sehingga memudahkan terjadinya difusi dimana adsorben-adsorben yang berukuran mikropori tidak memiliki sifat tersebut (Ginting, 2009). Material ini memiliki struktur yang baik, stabilitas termal yang baik, sifat yang relatif hidrofobik dan gugus silanol (-Si-OH) yang banyak. Gugus silanol pada permukaan silika biasanya berfungsi sebagai situs aktif (Pattnaik & Swain, 2018). Selain MCM-41, MCM-48 (*Mobil Composition of Matter number 48*) juga dilaporkan dengan struktur berbentuk kubik dengan desain ruang cukup rumit dengan membentuk

saluran tiga dimensi (Taba, 2001). MCM-50 (*Mobil Composition of Matter number 50*) juga dihasilkan dengan struktur lamelar dan tidak stabil karena ketika dipanaskan, material ini mudah berubah menjadi amorf (Sutrisno dkk., 2005).

Beberapa faktor yang harus diperhatikan pada sintesis silika mesopori adalah sumber silika, molekul pengarah struktur, pH dan temperatur. pada proses akhir sintesis, metode penghilangan molekul pengarah struktur (templet) memainkan peranan penting karena dapat mempengaruhi permukaan internal silika mesopori secara signifikan. Templet merupakan kumpulan dari surfaktan yang berperan sebagai nanoreaktor yang akan mengontrol ukuran dari produk. Hal ini disebabkan templet akan mencegah partikel untuk mengalami proses aglomerasi lebih lanjut (Chaharmahali, 2012). Terdapat dua cara umum yang dapat digunakan untuk penghilangan templet yaitu kalsinasi dan ekstraksi pelarut. Kedua metode tersebut memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing. metode kalsinasi dapat menghasilkan silika mesopori dengan luas permukaan lebih besar namun memiliki dinding pori yang sangat tipis dan rapuh. Sedangkan metode ekstraksi pelarut, meskipun luas permukaannya relatif lebih rendah, namun dinding porinya sedikit lebih tebal karena silika tersebut masih mengandung surfaktan di dalam pori-pori yang tidak mungkin dihilangkan seratus persen (Admi dkk., 2020)

Pada beberapa kasus templet dapat mempengaruhi daya adsorpsi MCM-41. Penelitian yang telah dilakukan oleh Nagappan dkk. (2019) menunjukkan MCM-41 sebelum kalsinasi dapat mengadsorpsi zat warna metanil kuning sebesar 125 mg/g. Sedangkan MCM-41 setelah kalsinasi dapat mengadsorpsi zat warna metanil kuning sebesar 80 mg/g. Penelitian yang telah dilakukan oleh

Boukoussa dkk, (2017) menunjukkan adsorpsi MCM-41 dengan surfaktan memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dibandingkan dengan MCM-41 setelah kalsinasi. Jumlah adsorpsi MCM-41 sebelum kalsinasi pada zat warna *yellow dye* ialah 44 mg/g sedangkan setelah kalsinasi sebesar 33 mg/g.

Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan silika mesopori (MCM-41) sebagai adsorben zat warna metil jingga. Penelitian ini dilakukan dengan menguji kapasitas adsorpsi MCM-41 jika templet tidak dikeluarkan dan dikeluarkan sebagian. 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 ialah:

1. bagaimana hasil karakterisasi mcm-41 tanpa pengeluaran dan pengeluaran templet ?
2. berapa waktu kontak optimum adsorpsi metil jingga oleh MCM-41?
3. bagaimana kinetika adsorpsi metil jingga oleh MCM-41?
4. isothermal apakah yang berlaku pada adsorpsi metil jingga oleh MCM-41?
5. berapakah kapasitas adsorpsi metil jingga oleh MCM-41?
6. gugus apa yang berperan dalam proses adsorpsi metil jingga 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) tanpa pengeluaran dan dengan pengeluaran

templet melalui metode pencucian menggunakan larutan HCl-etanol dalam adsorpsi zat warna metil jingga.

### **1.3.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini ialah:

1. menganalisis hasil karakterisasi MCM-41 tanpa pengeluaran dan pengeluaran templet
2. menentukan waktu kontak optimum adsorpsi metil jingga oleh MCM-41
3. menganalisis kinetika adsorpsi metil jingga oleh MCM-41
4. menentukan isothermal apakah yang berlaku pada adsorpsi metil jingga oleh MCM-41
5. menentukan kapasitas adsorpsi metil jingga oleh adsorben MCM-41
6. menganalisis gugus apa yang berperan dalam proses adsorpsi metil jingga 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 tanpa dan dengan pengeluaran templet dapat berguna bagi penelitian yang akan datang.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

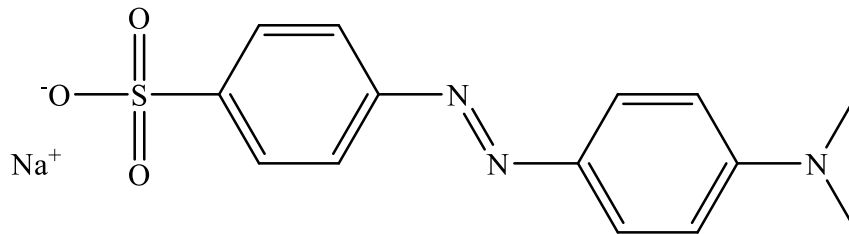
#### 2.1 Zat Warna Metil Jingga

Zat warna tekstil umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzen. Senyawa azo memiliki struktur umum  $R-N=N-R'$ , dimana R dan R' merupakan rantai organik yang sama atau berbeda. Senyawa ini memiliki gugus  $-N=N-$  yang dinamakan struktur azo. Senyawa azo sendiri dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik. Senyawa azo aromatik memiliki sifat yang stabil dan warna yang menyala (Widjajanti dkk., 2011).

Zat warna metil jingga sangat banyak digunakan sebagai pewarna pada skala industri dan sebagai indikator dalam skala laboratorium. Metil jingga merupakan salah satu zat pencemar yang bersifat *non-biodegradable*. Hal ini disebabkan oleh senyawa benzena yang bersifat karsinogenik dan membutuhkan waktu yang lama untuk didegradasi (Deka, 2019).

Metil jingga ialah salah satu zat warna azo yang digunakan pada pewarnaan kain. Zat warna ini merupakan zat warna sintesis dan paling reaktif pada proses pencelupan kain tekstil. Umumnya kadar limbah zat warna metil jingga dalam perairan berkisar 20-50% dari total zat warna yang digunakan (Wiratini dan Kartowasono, 2016). Metil jingga memiliki struktur kromofor gugus azo ( $-N=N-$ ) yang berikatan dengan gugus aromatik serta memiliki gugus sulfonat pada gugus aktif keduanya yang dapat dilihat pada Gambar 1 serta

memiliki diameter molekul sekitar 6-8 nm berdasarkan berat molekul dan strukturnya (Wu dkk., 2021) (Dewi dkk., 2019).



Gambar 1. Struktur kimia metil jingga

## 2.2 Adsorpsi

Adsorpsi dapat didefinisikan sebagai proses di mana bahan (adsorbat) bergerak dari fase gas atau cair dan membentuk lapisan monomolekul superfisial pada fase padat atau cair (Crawford dan Quinn, 2017). Adsorpsi adalah proses transfer molekul dari massa fluida ke permukaan padat. Hal tersebut dapat terjadi karena kekuatan fisik atau oleh ikatan kimia. Biasanya proses reversibel (proses sebaliknya) disebut desorpsi, oleh karena itu proses ini tidak hanya untuk pengurangan zat tetapi juga untuk pelepasan. Pada beberapa kasus, proses ini dapat dijelaskan pada kesetimbangan melalui beberapa persamaan yang mengukur jumlah zat yang melekat pada permukaan. Persamaan ini disebut isoterm (yang paling terkenal adalah persamaan Langmuir, Freundlich dan Sips) karena kebergantungan parameternya pada suhu, yang merupakan salah satu faktor lingkungan terpenting yang mempengaruhi adsorpsi (Artioli, 2008).

Suatu molekul dapat diadsorpsi ketika memiliki gaya adhesi antara molekul adsorbat dengan molekul adsorben yang lebih besar dibanding gaya kohesi yang

dimiliki oleh masing-masing molekul. Proses adsorpsi ini juga ditentukan oleh luas permukaan dari adsorben. Makin luas permukaan adsorben yang digunakan, semakin banyak molekul yang dapat teradsorpsi (Wijayanti dan Kurniawati, 2019). Faktor lainnya yang turut mempengaruhi hasil adsorpsi ialah ukuran partikel dimana semakin kecil ukuran partikel, semakin besar kecepatan adsorpsinya, waktu kontak hingga distribusi pori yang disebabkan oleh waktu yang lebih lama memungkinkan proses penempalan adsorbat berjalan dengan baik serta distribusi pori yang merata akan mempermudah dsitribusi adsorbat pada adsorben (Sawyer dan McCarty, 1987).

### **2.2.1 Kinetika Adsorpsi**

Kinetika adsorpsi menyatakan adanya proses penyerapan suatu zat oleh adsorben dalam fungsi waktu. Karakteristik kemampuan penyerapan adsorben terhadap adsorbat dapat dilihat dari laju adsorpsinya. Laju adsorpsi dapat diketahui dari konstanta laju adsorpsi ( $k$ ) dan orde reaksi yang dihasilkan dari suatu model kinetika adsorpsi (Anggriani dkk., 2021)

Persamaan kinetika orde satu semu menggambarkan proses adsorpsi pada sistem padat-cair yang berbasis kapasitas dari padatan. Tinjauan orde satu semu digunakan karena dalam suatu sistem kinetika adsorpsi terdapat dua reaktan yang menentukan, namun salah satu reaktan memiliki konsentrasi yang sangat besar dibandingkan reaktan yang lain, sehingga dianggap konstan dan seolah-olah hanya dipengaruhi oleh satu reaktan saja (Ho dan Wang, 2004). Kinetika adsorpsi dapat dipelajari menggunakan persamaan orde satu semu. Persamaan diferensialnya dapat dilihat pada persamaan (1)

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (1)$$

$q_e$  dan  $q_t$  merupakan jumlah MJ yang teradsorpsi (mg/g) pada kesetimbangan dan pada waktu tertentu,  $t$  menit berturut-turut adalah  $q_e$ , dan  $q_t$ ,  $k_1$  merupakan tetapan laju orde satu semu ( $\text{menit}^{-1}$ ). Persamaan tersebut kemudian dilakukan integrasi dengan batas  $t=0$  hingga  $t=t$  dan  $q=0$  hingga  $q=t$ . Hasil interaksi menghasilkan persamaan (2) yang merupakan laju orde satu semu.

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - K_1 t \quad (2)$$

dengan melakukan plot grafik  $t$  (menit) sebagai sumbu x dan  $\ln(Q_t - Q_e)$  sebagai sumbu y, didapatkan persamaan grafik yang dapat digunakan untuk mencari nilai parameter lainnya seperti  $K_1$  (konstanta kecepatan adsorpsi orde satu semu) yang didapatkan dari -slope dan nilai  $Q_e$  perhitungan yang didapatkan dari 2,303  $\log$  intersep

Persamaan kinetika orde dua semu menunjukkan bagaimana adsorbat tergantung pada kapasitas penyerapan dari adsorben bukan pada konsentrasi adsorbat. Tinjauan orde dua semu muncul dari adanya gugus aktif yang dapat terlibat dalam ikatan kimia dan memungkinkan adanya pertukaran ion yang dapat berpengaruh terhadap kapasitas adsorpsi suatu adsorben. Laju reaksi orde dua semu dapat tergantung pada jumlah zat yang diserap pada kesetimbangan ( $H_0$  dan Mckay, 2000). Data kinetika juga dapat diolah dengan model kinetika orde dua semu, persamaan diferensial diberikan oleh persamaan (3)

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t)^2 \quad (3)$$

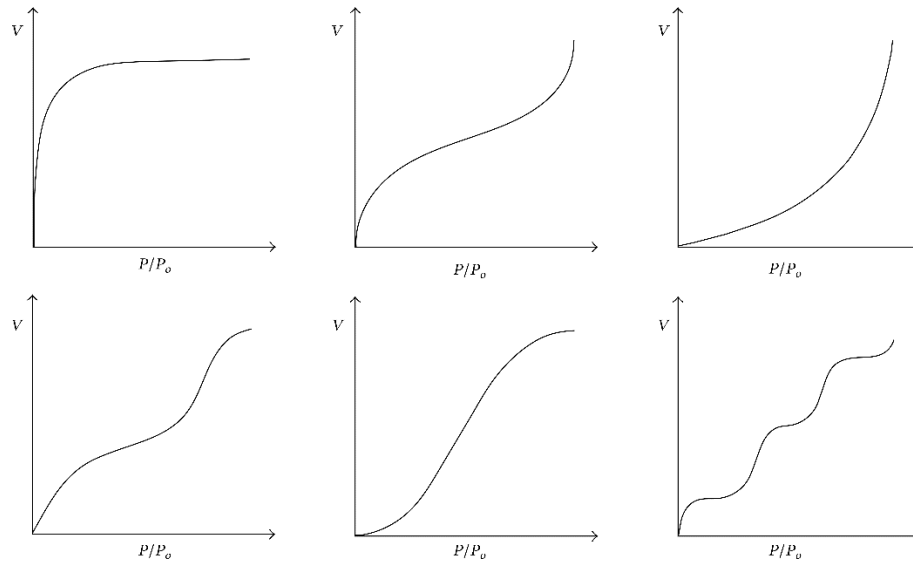
Tetapan laju orde satu semu adalah  $k_2$  (g/mg.min). Pengintegrasian dilakukan dengan kondisi batas  $t=0$  hingga  $t=t$  dan  $q=0$  hingga  $q=t$ . Integrasi persamaan menghasilkan persamaan (4)

$$t \frac{1}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (4)$$

dengan melakukan plot grafik  $t$  (menit) sebagai sumbu x, dan  $t/q_e$  sebagai sumbu y, maka didapatkan persamaan grafik yang dapat digunakan untuk menentukan nilai parameter lainnya seperti  $K_2$  (konstanta kecepatan adsorpsi orde dua semu) yang didapatkan dari  $\text{slope}^2/\text{intersep}$  dan  $Q_e$  perhitungan yang didapatkan dari  $1/\text{slope}$ . Jika kinetika orde dua semu dipenuhi, plot  $t/q$  versus  $t$  akan menghasilkan garis lurus.

### 2.2.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi ialah hubungan antara adsorbat dalam fasa cair dengan adsorbat yang teradsorpsi pada permukaan adsorben pada kesetimbangan pada suhu konstan (Mourabet dkk., 2011). Isoterm adsorpsi mengacu pada serangkaian pengukuran adsorpsi yang dilakukan pada suhu tertentu dan hasilnya diplot sebagai hubungan antara jumlah yang teradsorpsi dan yang tidak teradsorpsi. Bentuk isoterm tersebut menyimpan banyak informasi mengenai sifat dari proses adsorpsi. Pada beberapa kasus, lebih mudah untuk memplot jumlah zat yang teradsorpsi sehubungan dengan campuran yang ditambahkan dibandingkan yang tersisa dalam larutan (Flatt dan Schober, 2012). Isotherm adsorpsi yang dilakukan haruslah sesuai minimal 1 tipe grafik dari 6 klasifikasi isoterm adsorpsi yang dapat dilihat pada Gambar 2 (Chen dkk., 2017).



**Gambar 2.** Grafik klasifikasi isoterm adsorpsi (Chen dkk, 2017)

- a. Tipe I, disebut isoterm Langmuir yang menggambarkan adsorpsi (monolayer). Isoterm Langmuir sesuai dengan adsorpsi fisik pada padatan, biasanya diperoleh dari adsorben berpori kecil (mikropori) kurang dari 2 nm dan luas permukaan eksternal sangat sedikit, seperti pada karbon aktif, silika gel, zeolit dan bentofit
- b. Tipe II, diperoleh dari percobaan Brauner, Emmett dan Teller (1938). Kurva jenis ini ditemukan pada adsorben yang berpori (porous) atau padatan berpori besar (makropori).
- c. Tipe III, menunjukkan kuantitas adsorben semakin tinggi saat tekanan bertambah. Tipe ini jarang terlihat dalam eksperimen adsorpsi, dimana gaya tarik molekul gas lebih besar dibandingkan gaya ikat serapan. Isoterm tipe ini umumnya terjadi pada adsorben tak berpori dan berpori mikro.
- d. Tipe IV, sering terlihat pada padatan berpori, seperti pada katalis industri. Tekanan relatif rendah sampai menengah, dimana volume terbesar adsorbat yang teradsorpsi dapat dihitung dari kondensasi kapiler yang telah sempurna

mengisi pori. Kurva jenis ini dihasilkan padatan adsorben berukuran mesopore (2-50 nm).

- e. Tipe V, jenis ini hampir sama dengan tipe III, dihasilkan dari interaksi yang rendah antara adsorben dengan adsorbat. Tipe ini terjadi pada padatan dengan ukuran mikropori atau mesopori.
- f. Tipe VI, menunjukkan interaksi adsorbat dengan permukaannya yang sangat homogen (pyrolytic graphite). Isoterm tipe VI sering dikenal sebagai isoterm hipotesis. Bentuk grafik dari isoterm ini disebabkan oleh formasi lengkap dari lapisan monomolekular sebelum terjadi peningkatan menuju ke lapisan berikutnya.

Persamaan isoterm adsorpsi yang sering digunakan adalah persamaan Langmuir, Freundlich dan Sips. Isoterm adsorpsi Langmuir digunakan untuk menggambarkan keseimbangan antara sistem adsorbat dan adsorben, dimana adsorpsi adsorbat terbatas pada satu lapisan molekul pada atau sebelum tekanan relatif tercapai. Meskipun isoterm yang awalnya diusulkan oleh Langmuir pada tahun 1918 umumnya cocok untuk menggambarkan proses ketika ikatan kimia ionik atau kovalen terbentuk antara adsorben dan adsorbat. Isoterm adsorpsi Langmuir menggambarkan permukaan sebagai homogen, dengan asumsi bahwa tidak ada interaksi lateral antara molekul teradsorpsi yang berdekatan ketika satu molekul menempati satu situs permukaan. Menurut Liu dkk. (2018) bentuk persamaan Langmuir dapat dilihat pada persamaan (5).

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_0 b} + \frac{1}{Q_0} C_e \quad (5)$$

$C_e$  : Konsentrasi kesetimbangan fase air dari adsorbat ( $\text{mg.L}^{-1}$ )  
 $q_e$  : konsentrasi kesetimbangan fase adsorben dari adsorbat ( $\text{mg.L}^{-1}$ )

$Q^0$  : kapasitas adsorpsi lapisan tunggal ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )  
 $b$  : konstanta Langmuir

Persamaan Freundlich menunjukkan kesesuaian terbaik untuk data adsorpsi pada adsorben heterogen alami. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich dan bentuk liniernya dapat dituliskan sebagai persamaan (6):

$$\log q_e = \log K_f + \frac{1}{n_f} \log C_e \quad (6)$$

Jumlah zat terlarut yang teradsorpsi per satuan berat adsorben diberi simbol  $q_e$  ( $\text{mg/g}$ );  $C_e$  adalah konsentrasi kesetimbangan zat terlarut dalam larutan ( $\text{g/L}$ );  $K_F$  adalah konstanta Freundlich, yang merupakan ukuran perbandingan kapasitas adsorpsi untuk adsorben, dan  $n_F$  adalah konstanta empiris yang terkait dengan heterogenitas permukaan adsorben. Konstanta isoterm  $n_F$  dan  $K_F$  dihitung dari kemiringan dan titik potong plot  $\log q_e$  versus  $\log C_e$ . Indeks  $1/n$  adalah ukuran intensitas. (Chiban dkk., 2011).

Model Sips juga merupakan model hybrid dari gabungan model Langmuir dan Freundlich. Model ini ditunjukkan pada persamaan (7). Pada model ini,  $q_{ms}$  ( $\text{mg/g}$ ) adalah kapasitas adsorpsi maksimum Sips,  $K_s$  ( $\text{L}^{ns}/\text{mg}^{ns}$ ) dan  $n_s$  adalah konstanta Sips. Model Sips merupakan model yang memiliki parameter yang menjelaskan heterogenitas sistem. Pada Model Sips parameter tersebut adalah  $n_s$ . Semakin nilai  $n_s$  mendekati 1 atau bahkan bernilai 1, maka ini mengindikasikan padatan yang memiliki *binding sites* homogen secara relatif (Ramadhan dkk., 2021)

$$q_e = \frac{q_{ms} K_s C_e^{n_s}}{1 + K_s C_e^{n_s}} \quad (7)$$

$$\ln \frac{q_e}{q_m - q_e} = \ln K_{eq} + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (8)$$



### **2.3 Silika Mesopori (MCM-41)**

Silika mesopori MCM-41 ialah padatan berpori dengan ukuran yang berkisar 2 sampai 10 nm yang terdiri atas silika amorf dimana memiliki struktur yang teratur dan rongga yang seragam membentuk susunan struktur heksagonal dengan luas permukaan yang besar dan memiliki stabilitas termal yang baik (Beck dkk., 1992). Homogenitas pori-pori, luas permukaan tinggi, dan stabilitas termal yang baik, membuat MCM-41 menjadi saringan molekuler yang menarik untuk aplikasi dalam katalisis, penyerapan molekul organik besar, pemisahan kromatografi, serta inang untuk kuantum molekul yang masih baru atau belum terdefinisi (Kato dkk., 2005).

Material MCM-41 termasuk ke dalam kelas material dengan pori berukuran meso (2 nm - 50 nm) yang memiliki beberapa keunggulan. Material ini memiliki diameter pori yang dapat diatur dengan berbagai cara, diantaranya adalah pemilihan surfaktan, penambahan senyawa organik, penambahan logam, dan perubahan parameter reaksi (Zhao dkk., 1996). Sintesis MCM-41 menggunakan templet yang terdiri atas ion amonium kuartener dengan rantai alkil yang panjang misalnya heksadesil (Zhang dkk., 2008).

#### **2.3.1 Sintesis MCM-41**

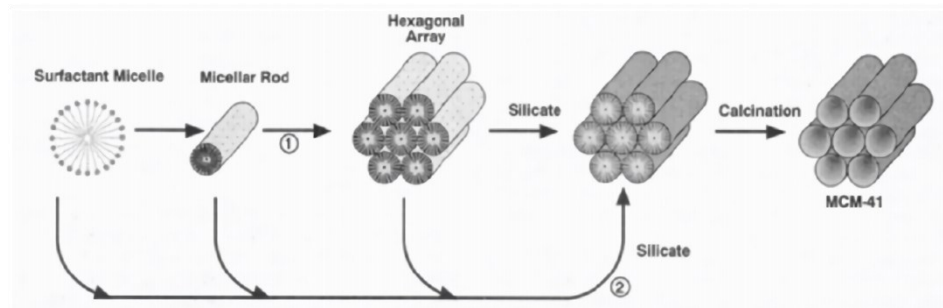
Material MCM-41 telah disintesis dengan berbagai metode. Sintesis MCM-41 dengan metode hidrotermal serta mendapatkan material dengan kristanilitas yang tinggi telah berhasil didapatkan oleh Oshima dkk., (2006). Penelitian yang dilakukan oleh Mokhonoana dan Coville, (2010) dengan melakukan sintesis pada suhu kamar. Penelitian yang dilakukan oleh Ortiz dkk.,

(2012) menggunakan metode sol-gel dalam sintesis MCM-41 dan menghasilkan material MCM-41 dengan pori seragam dan kristalinitas tinggi.

Larutan senyawa silikat seperti tetraetilortosilikat (TEOS) dan natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) telah banyak digunakan sebagai sumber silika untuk sintesis silika mesopori (Yoo dan Stein, 2011, Jomekian dkk., 2012). TEOS dapat dihidrolisis untuk mendapatkan gugus silanol sedangkan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  telah menyediakan gugus-gugus tersebut dan jumlahnya bergantung pada tingkat prakondensasi. Dengan tingkat prakondensasi silika yang lebih tinggi, kemungkinan untuk mendapatkan material yang tertata dengan baik menjadi lebih rendah. Selama pembuatan MCM-41, silanol yang terkondensasi tidak hanya bergantung pada suhu dan pH media reaksi, tetapi juga pada adanya tambahan ion dan konsentrasi silikat. Salah satu keunggulan dalam menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sebagai sumber silika adalah pada penggunaan biayanya yang murah (Pauly dkk., 2002).

Beberapa upaya telah dilaporkan untuk mempersiapkan silika mesopori MCM-41 dari  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Park dkk., (1998) melaporkan persiapan MCM-41 menggunakan pemanasan mikrowaf dan etilena glikol sebagai aditif. Namun, MCM-41 yang terkristalisasi dengan buruk diperoleh ketika etilen glikol ditambahkan dalam jumlah besar. Han dkk., (2004) mensintesis silika bulat berongga dengan struktur MCM-41 menggunakan propanol sebagai co-surfaktan. Pada penelitian ini rasio molar dari propanol terhadap CTAB dalam komposisi awal mempengaruhi morfologi silika mesopori. Hasil Mendonza dkk., (2006) menunjukkan efek komposisi dan waktu reaksi pada pori dan morfologi dari

MCM-41. Mody dkk., (2008) mensintesis MCM-41 pada suhu kamar dengan menggunakan CTAB sebagai agen pengarah struktur dalam kondisi asam.

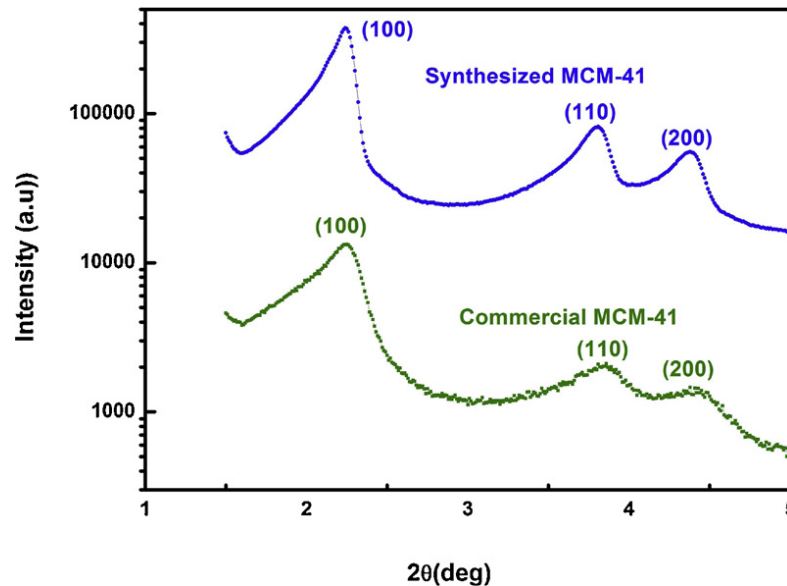


**Gambar 3.** Mekanisme pembentukan MCM-41 (Alahmadi, 2012)

Sintesis MCM-41 menggunakan garam alkilammonium kuartener seperti setiltrimetilammonium bromida (STABr) atau setiltrimetilammonium klorida (STAK) dalam larutan. Pada kondisi ini, surfaktan ionik membentuk misel bola yang membentuk agregat supramolekul batang miseluler yang bertindak sebagai agen pengarah struktur atau templat, dengan membentuk fase kristal cair. Hidrolisis dan kondensasi silika prekursor, seperti tetraetilortosilikat (TEOS) atau tetrametilortosilikat (TMOS), membentuk padatan mesostruktur silikat di sekitar templat (jalur 1 pada Gambar 3) karena interaksi elektrostatik antara spesies silika yang bermuatan negatif dengan kelompok surfaktan, atau melalui interaksi ikatan hidrogen. Mekanisme pembentukan fase kristal cair dipromosikan oleh spesies silikat (Jalur 2 pada Gambar 3). Setelah pembentukan silikat mesostruktur, templat dihilangkan melalui ekstraksi dengan pelarut seperti etanol atau campuran etanol-HCl, atau kalsinasi pada suhu tinggi 400-550 °C (Alahmadi, 2012).

### 2.3.2 Karakterisasi MCM-41

Karakterisasi silika mesopori MCM-41 dapat dilakukan dengan beberapa teknik diantaranya dengan menggunakan XRD (*X-Ray diffraction*) (da Silva dkk., 2015), mikroskop elektron (Sohrabnezhad dkk., 2018),  $N_2$  adsorption (Schmidt dkk., 1995), dan FTIR (Al-Megren dkk., 2001). Analisis XRD bertujuan untuk identifikasi dan karakterisasi senyawa berdasarkan pola difraksinya. Kristogram menunjukkan empat puncak yang diberi indeks (hkl) dengan intensitas yang menurun (100), (110), (200), dan (210) yang merupakan karakteristik mesopori dengan struktur pori heksagonal dari (MCM-41) (Kumar dkk., 2001; Tayebec dkk., 2015). Difraktogram dari hasil sintesis MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 4.

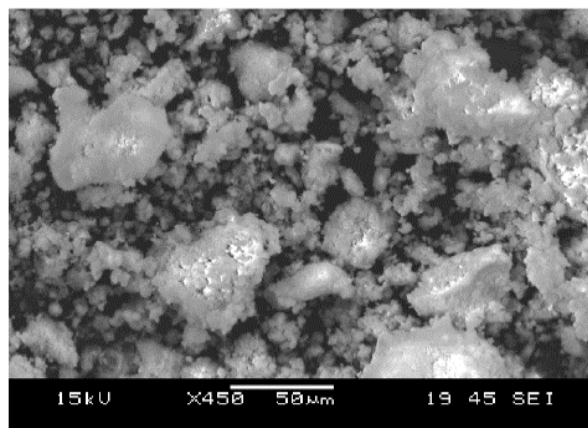


**Gambar 4.** Pola difraksi sinar-X MCM-41 yang disintesis dan komersial  
(Bernal dkk, 2019)

Spektrum FTIR yang direkam untuk sampel MCM-41 yang disintesis menunjukkan pita lebar yang berpusat pada  $3400\text{ cm}^{-1}$ , hal ini sesuai dengan vibrasi regang OH yang berasal dari air yang teradsorpsi dari gugus Si-OH, sedangkan,

puncak pada  $1634\text{ cm}^{-1}$  dapat dikaitkan oleh vibrasi dari air. Pita yang berpusat pada  $1100\text{ cm}^{-1}$  dapat ditetapkan sebagai vibrasi regang asimetris Si-O-Si, sementara dua puncak lainnya pada  $950\text{ cm}^{-1}$  dan  $800\text{ cm}^{-1}$  berasal dari vibrasi regang Si-OH dan vibrasi simetris Si-O-Si. Pita serapan pada  $460\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari Si-O-Si (Bernal dkk., 2019). Efisiensi proses kalsinasi atau ekstraksi templat dilihat dari tidak adanya pita yang terkait dengan surfaktan organik di permukaan mesopartikel.

Analisis SEM bertujuan untuk mempelajari morfologi struktur dari MCM-41. Jiang dkk., (2012) mengkarakterisasi MCM-41 dengan menggunakan SEM dan menunjukkan adanya aglomerat partikel yang berbentuk bola dengan permukaan halus yang dapat dilihat pada Gambar 5



**Gambar 5.** Morfologi SEM dari MCM-41 (Jiang dkk., 2012)