



Adsorpsi Pewarna *Direct Black 38* Menggunakan Komposit Silika Mesopori Dari Abu Sekam Padi/Karbon Aktif Dari Tempurung Kelapa

Dilma Purnama Ubit^{1, a)}, Yusmaniar^{2, b)}, Erdawati^{3, c)}

^{1,2,3} Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Pemuda No.10 Rawamangun Jakarta, Indonesia

^{b)}yusmaniar@unj.ac.id

Informasi Artikel

Diterima pada tanggal
20/09/19

Direvisi pada tanggal
08/10/19

Diupload pada tanggal
08/10/19

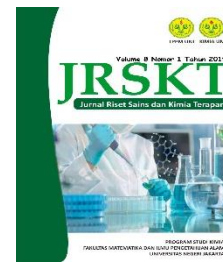
Abstrak

Pada penelitian ini adsorben komposit silika mesopori dan karbon aktif dibuat untuk mengadsorpsi zat warna direct black 38. Silika mesopori dibuat dari abu sekam padi dan karbon aktif dibuat dari tempurung kelapa. Silika direaksikan dengan NaOH menjadi larutan natrium silikat lalu direaksikan dengan PEG yang selanjutnya PEG diekstraksi secara solvotermal sehingga menghasilkan produk silika mesopori dengan luas permukaan dan pori yang lebih besar. Silika mesopori diproses menjadi komposit dengan karbon aktif yang telah diaktivasi sebelumnya dengan larutan ZnCl₂. Kandungan dari komposit silika mesopori/karbon aktif ditunjukkan melalui hasil analisis SEM bahwa komposit hasil sintesis menunjukkan penyebaran karbon dan silika terlihat pada morfologi komposit. Hasil analisis EDX menunjukkan komponen penyusun komposit yaitu 38,6% karbon; 46,8% oksigen dan 14,6% silika. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum yang diperlukan untuk adsorpsi direct black 38 dengan komposit silika mesopori/karbon aktif yaitu pH 2 dan waktu optimum 30 menit. Adsorpsi direct black 38 oleh komposit silika mesopori/karbon aktif mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir. Oleh karena itu, adsorpsi yang terjadi membentuk lapisan monolayer dengan kapasitas adsorpsi 68,493 mg g⁻¹

Kata kunci: abu sekam padi, adsorpsi, karbon aktif, komposit, PEG, silika mesopori

Abstract

In this research, mesopore silica/activated carbon composite adsorbent was formed for dye adsorption direct black 38. The mesopore silica was from rice husk ash and activated carbon was from coconut shell. This rice husk ash is processed into sodium silicate solution and the solution was hybrid with PEG. Then PEG was extracted with solvothermal method to produce a higher surface area of mesopore silica. The mesopore silica was processed



into composite with activated carbon that has been activated by $ZnCl_2$ solution. The mesopore silica/activated carbon composite was analysed by SEM and showed the distribution of carbon, silica and oxygen as composite morphology. The EDX analysis showed that the composite contains of 46.8% carbon; 3.6% oxygen and 14.6% silica. The results showed that the optimum condition required for the adsorption of direct black 38 dye with mesopore silica/activated carbon composite pH was 2 and the optimum contact time was 30 minutes. Adsorption of direct black 38 by mesopore silica/activated carbon composite followed Langmuir adsorption isotherm and formed a monolayer layer with adsorption capacity 68.493 mg g^{-1} .

Keywords: *activated carbon, adsorption, composite, mesopore silica, PEG, rice husk ash*

1. Pendahuluan

Zat warna diproduksi lebih dari 700000 ton dan sekitar 10000 jenis zat warna setiap tahun di seluruh dunia, sekitar 20% limbah industri selama proses pewarnaan dibuang tanpa diolah sebelumnya [1]. Zat warna *direct black 38* merupakan pewarna sintetik yang umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang memiliki struktur cincin benzena sehingga sangat stabil dan sulit untuk didegradasi secara biologi. Zat warna *direct black 38* umumnya digunakan sebagai pewarna dalam industri tekstil dan kertas. Senyawa azo yang terlalu lama berada di lingkungan, akan menjadi sumber penyakit karena bersifat karsinogenik dan mutagenik. Oleh karena itu, limbah zat warna *direct black 38* perlu diolah terlebih dahulu sebelum dibuang ke lingkungan.

Beberapa metode pengolahan zat warna *direct black 38* yang telah dikembangkan antara lain adalah adsorpsi [2], proses oksidasi [3], penghilangan zat warna (*decolorization*) dengan *E. Gallinarum* [4] dan metode fotokatalitik [1]. Metode adsorpsi dianggap sebagai metode yang memiliki keunggulan dibanding metode yang lain karena paling efektif, efisien dan ekonomis [2].

Adsorben silika mesopori dapat digunakan karena mempunyai luas permukaan dan ukuran pori yang besar. Pembuatan silika mesopori yang telah dilakukan, diantaranya adalah dengan memanfaatkan limbah sekam padi [5] dan limbah ampas tebu [6]. Abu sekam padi mengandung kadar silika yang tinggi yaitu sekitar 87-97% serta sedikit alkali dan alkali tanah sebagai unsur minornya. Tingginya kandungan silika abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku material berbasis silika mesopori sebagai adsorben [7].

Pengembangan bahan hibrida terutama komposit organik-anorganik dapat juga diaplikasikan pada silika mesopori yang biasanya berupa polimer atau surfaktan untuk memperbesar luas permukaan. Beberapa polimer yang telah digunakan sebagai *template* pada silika mesopori adalah PEG [8] dan gelatin [9]. Polietilen glikol (PEG) baik digunakan sebagai *template* pada silika mesopori karena dapat larut pada suhu yang rendah dan tidak larut pada suhu yang tinggi, polaritas PEG dapat berubah dengan polaritas pelarutnya dimana dalam pelarut yang polar rantai PEG menjadi polar dan dalam pelarut nonpolar menjadi

nonpolar.

Adsorben yang terbuat dari karbon aktif juga memiliki luas permukaan yang cukup besar sehingga dibutuhkan untuk proses adsorpsi. Beberapa limbah dapat dijadikan sebagai karbon aktif antara lain tempurung kelapa [10], cangkang sawit [11] dan tulang hewan [12]. Menurut Bani *et al.* (2013) [10] tempurung kelapa layak dijadikan bahan baku karbon karena mempunyai kandungan lignin yang lebih tinggi daripada jenis kayu lainnya dan kandungan *methoxyl* sama dengan kayu. Karbon aktif tempurung kelapa memenuhi kriteria sebagai adsorben meskipun karbon aktif tidak mempunyai gugus fungsi yang cukup untuk mengadsorpsi zat warna. Oleh karena itu, dilakukan homogenisasi antara silika mesopori dengan karbon aktif, sehingga terbentuk komposit silika mesopori/karbon aktif.

Pada penelitian ini sintesis silika mesopori dilakukan dengan menggunakan abu sekam padi dan karbon aktif dari tempurung kelapa. Silika mesopori kemudian dihomogenisasi dengan penambahan karbon aktif untuk menjadi komposit, sehingga diharapkan menjadi solusi untuk mengadsorpsi *direct black 38* dan dapat mengurangi pencemaran air dari limbah tekstil industri.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu sekam padi (ASP), padatan polietilen glikol 6000 (PEG) merk, larutan dimetil sulfoksida (DMSO) merk, karbon aktif dari tempurung kelapa, padatan zat warna *direct black 38*, aqua DM, larutan HCl 37% merk, padatan ZnCl₂ merk, metanol *pro-analysis* dan padatan NaOH merk.

2.2 Pembuatan silika mesopori

Abu sekam padi (ASP) ditambahkan 100 mL HCl sambil diaduk selama 2 jam, kemudian residu ASP dibilas sampai pH netral. Residu dikeringkan pada suhu 105°C selama 4 jam. Silika hasil isolasi ditambahkan NaOH sebanyak 60 mL kemudian direfluks selama 1 jam. Filtrat yang diperoleh digunakan untuk sintesis hibrid silika dengan PEG.

PEG sebanyak 1,00 gram dilarutkan dengan 30 mL aqua DM, kemudian ditambahkan HCl sampai pH 4 sambil diaduk. Kemudian dimasukan silika dalam campuran asam PEG lalu campuran didiamkan pada suhu ruangan selama 18 jam. Gel silika yang terbentuk dibilas sampai pH netral. Residu dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam. Selanjutnya melakukan sokletasi pada padatan silika mesopori-PEG dengan pelarut DMSO 5% selama 24 jam. Silika yang sudah terbebas dari PEG dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam. Silika mesopori yang diperoleh dikarakterisasi dengan EDX, SAA dan FTIR.

2.3 Pembuatan karbon aktif

Karbon aktif dari tempurung kelapa diayak menggunakan mesh No. 60 kemudian direndam ZnCl₂ 25% selama 18 jam untuk mengaktivasi karbon. Karbon aktif yang telah direndam ZnCl₂ dicuci sampai pH netral. Selanjutnya dipanaskan pada suhu 300°C selama 2 jam. Karbon aktif yang diperoleh dikarakterisasi dengan SAA dan FTIR.

2.4 Pembuatan Komposit Silika Mesopori/Karbon Aktif

Adsorben komposit silika mesopori/karbon aktif dilarutkan dalam metanol dan dihomegenisasi pada 1000 rpm selama 30 menit. Padatan silika/karbon direndam dalam metanol selama 7 hari pada suhu ruang. Kemudian dipanaskan pada suhu 200°C selama 2 jam. Komposit yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR, SEM-EDX dan SAA.

2.5 Adsorpsi *Direct Black 38* Menggunakan Silika Mesopori, Karbon Aktif dan Komposit

Adsorpsi *direct black 38* oleh adsorben menggunakan teknik *batch*. Larutan *direct black 38* (10 mgL^{-1}) sebanyak 25 mL ditambahkan ke dalam 0,05 gram adsorben yang diguncangkan dengan kecepatan 150 rpm, pH larutan yang disarankan adalah pH 1, 2, 4, 6, 8, dan 10. Uji ini dilakukan pada suhu ruang dengan waktu yang disarankan 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Kemudian disaring dan dianalisis konsentrasi akhir *direct black 38* dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

2.6 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi *Direct Black 38* Menggunakan Komposit

Penentuan isoterm adsorpsi ditentukan pada suhu ruang dengan kondisi pH dan waktu kontak optimum. Sebanyak 25 mL larutan *direct black 38* pada beberapa konsentrasi, yaitu 30, 60, 90, 120 dan 150 ppm. Kemudian diaduk menggunakan *shaker* dengan kecepatan 150 rpm. Larutan disaring dengan kertas saring dan filtratnya dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

3. Hasil dan Pembahasan

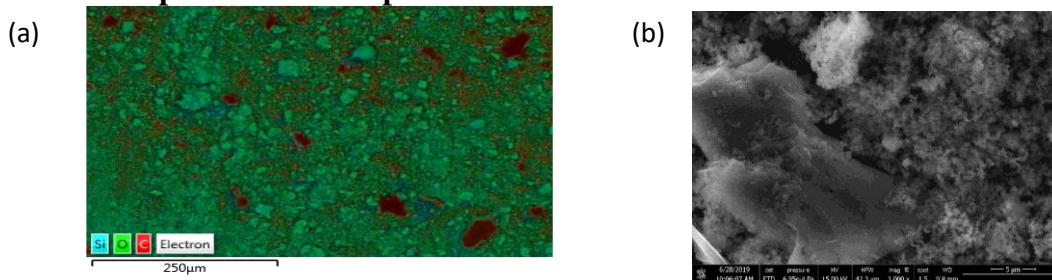
3.1 Pembuatan silika mesopori

Hasil isolasi silika ditambahkan NaOH kemudian distirer selama 3 jam pada suhu 90°C . Larutan disaring dan filtrat Na-silikat dapat digunakan untuk proses sintesis hibrid silika-PEG. Data EDX silika mesopori menunjukkan unsur penyusun silika mesopori yaitu 41,90% unsur O dan 58,10% unsur Si. Ekstraksi solvotermal berhasil menghilangkan senyawa PEG sehingga diperoleh unsur silika mesopori. Hasil karakterisasi SAA silika mesopori menunjukkan luas permukaan BET $620,5344 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ dengan pola isoterm tipe IV. Spektrum FTIR silika mesopori berdasarkan pada Gambar 2 menunjukkan pita lebar pada bilangan gelombang 3268 cm^{-1} yang merupakan vibrasi gugus -OH (hidroksil) dari Si-OH atau air yang terhidrasi [13]. Pada bilangan gelombang sekitar 1352 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk C-H [14]. Pada bilangan gelombang 2885 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur CH_2 dari PEG yang masih belum terekstraksi sempurna. Pada puncak 1097 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O-Si. Pada puncak 801,1 dan $469,5 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur simetris Si-O-Si [15]. Sedangkan pada puncak $956,7 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi C-H dari PEG yang belum terekstraksi sempurna [16].

3.2 Pembuatan karbon aktif

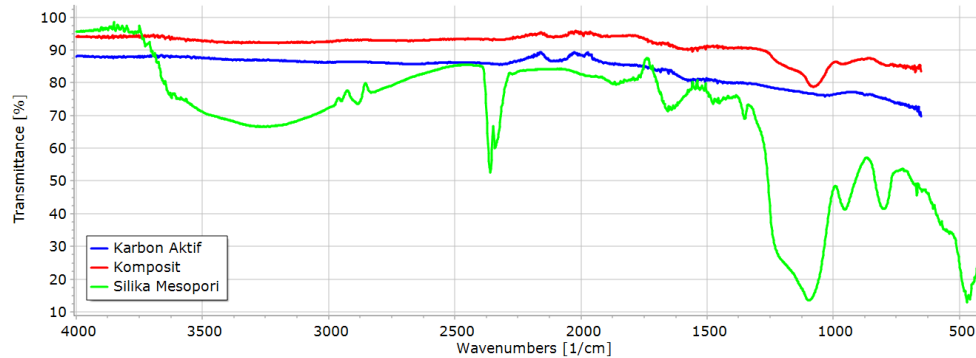
Hasil karakterisasi SAA karbon aktif menunjukkan nilai luas permukaan BET $234,7908 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ dengan pola isoterm tipe IV. Hasil karakterisasi FTIR karbon aktif ditunjukkan pada Gambar 2. Gugus fungsi yang terdapat pada karbon aktif tempurung kelapa yaitu gugus C=O pada bilangan gelombang 1735 cm^{-1} , gugus C=C pada bilangan gelombang 1541 cm^{-1} , gugus C-C dan vibrasi ulur asimetris Si-O-Si pada bilangan gelombang 1059 cm^{-1} serta gugus C-H pada bilangan gelombang $874,1 \text{ cm}^{-1}$ [12].

3.3 Sintesis komposit silika mesopori / karbon aktif



GAMBAR 1. (a) *Mapping* komposit silika mesopori/karbon aktif (b) SEM komposit silika mesopori/karbon aktif

Gambar 1 (a) menunjukkan *mapping* komposit dimana penyebaran karbon, silika dan oksigen terlihat pada morfologi komposit. Hasil analisis EDX menunjukkan komponen penyusun komposit yaitu 38,6% unsur C; 46,8 %; unsur O dan 14,6% unsur Si. Hasil karakterisasi SAA komposit silika mesopori/karbon aktif yaitu menunjukkan nilai luas permukaan BET 284,1207 m²g⁻¹ dengan pola isoterm tipe IV.

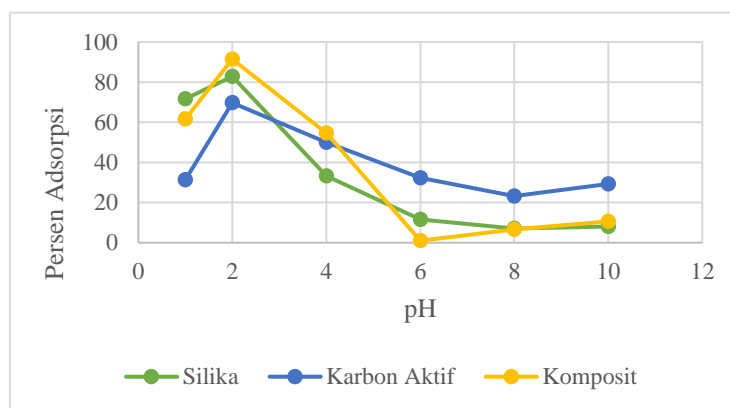


GAMBAR 2. Spektrum FTIR karbon aktif, komposit, dan silika mesopori

Spektrum FTIR komposit silika/karbon aktif ditunjukkan pada gambar 2 menunjukkan pita lebar pada bilangan gelombang 3263 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi gugus -OH (hidroksil) dari Si-OH atau air yang terhidrasi [13]. Pada bilangan gelombang 2907 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur CH₂. Pada puncak sekitar 1092 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O-Si dan gugus C-C. Gugus C=O pada bilangan gelombang 1733 cm⁻¹, gugus C=C pada bilangan gelombang 1539 cm⁻¹[12]. Pada puncak 808,8 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur simetris Si-O-Si [15]. Pada puncak 950,5 cm⁻¹ merupakan vibrasi C-H [16].

3.4 Adsorpsi *Direct Black 38* Menggunakan Silika Mesopori, Karbon Aktif, dan Komposit

Grafik persen adsorpsi *direct black 38* terhadap pH ditunjukkan pada Gambar 3. Grafik tersebut merupakan kapasitas adsorpsi adsorben silika mesopori, karbon aktif dan komposit menunjukkan pH optimum 2 dengan kapasitas adsorpsi masing-masing adsorben ditunjukkan pada Tabel 1.

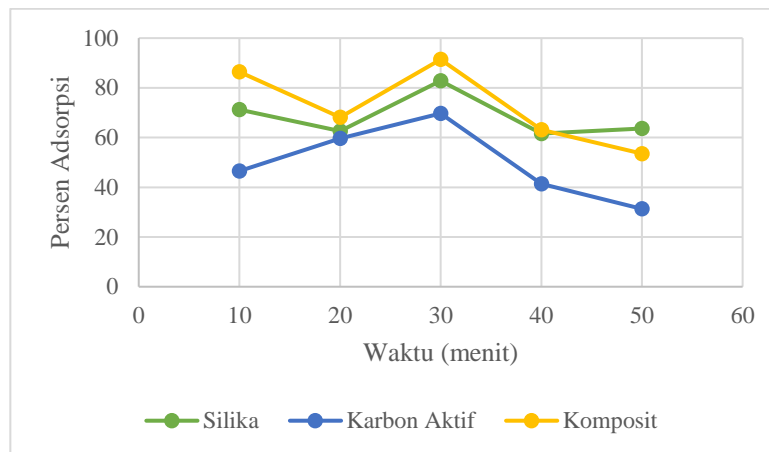


GAMBAR 3. Grafik persen adsorpsi *direct black 38* terhadap pH oleh adsorben silika, karbon aktif, dan komposit.

TABEL 1. Persen dan kapasitas maksimum adsorpsi *direct black 38* terhadap pH

Adsorben	Persen Adsorpsi (%)	Q (mg g ⁻¹)
Silika Mesopori	82,828	4,141
Karbon Aktif	69,697	3,485
Komposit Silika Mesopori- Karbon Aktif	91,414	4,571

Grafik persen adsorpsi *direct black 38* terhadap waktu kontak ditunjukkan pada Gambar 4 dimana kapasitas adsorpsi adsorben silika mesopori, karbon aktif, dan komposit menunjukkan waktu optimum 30 menit dengan kapasitas adsorpsi masing-masing ditunjukkan pada Tabel 2.



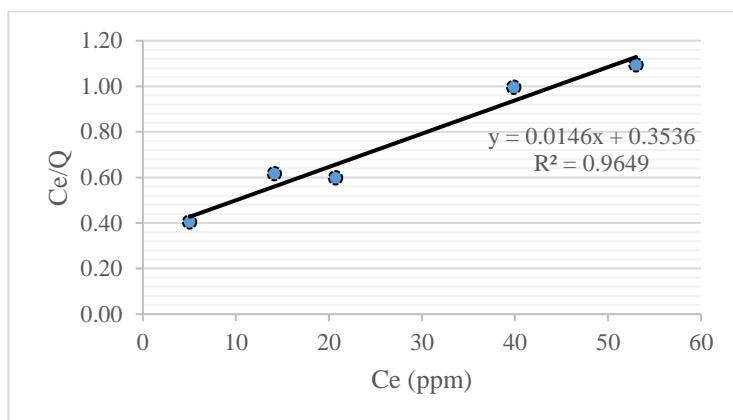
GAMBAR 4. Grafik persen adsorpsi *direct black 38* terhadap waktu kontak oleh adsorben silika, karbon aktif, dan komposit

TABEL 2. Persen dan kapasitas maksimum adsorpsi *direct black 38* terhadap waktu kontak

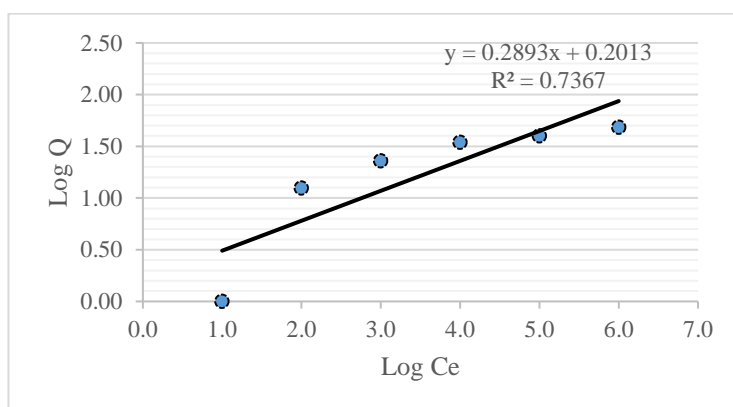
Adsorben	Persen Adsorpsi (%)	Q (mg g ⁻¹)
Silika Mesopori	82,828	4,141
Karbon Aktif	69,697	3,485
Komposit Silika Mesopori- Karbon Aktif	91,414	4,571

3.5 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi *Direct Black 38* Menggunakan Komposit

Berdasarkan kurva isoterm Langmuir pada Gambar 5 dan kurva isoterm Freundlich pada Gambar 6, model isoterm yang lebih sesuai untuk komposit silika mesopori/karbon aktif ditunjukkan pada Gambar 5 yaitu model isoterm Langmuir. Oleh karena itu, permukaan komposit silika mesopori-karbon aktif bersifat mengadsorpsi pada pusat aktif permukaan adsorben dan membentuk lapisan monomolekul (monolayer).



GAMBAR 5. Kurva isotherm Langmuir



GAMBAR 6. Kurva isotherm Freundlich

4. Kesimpulan

Adsorben silika mesopori dari abu sekam padi, karbon aktif dari tempurung kelapa, dan komposit silika mesopori/karbon aktif telah berhasil disintesis. Adsorben hasil sintesis memiliki kondisi optimum pada pH 2 dan waktu kontak optimum 30 menit pada proses penyerapan zat warna *direct black 38*. Model adsorpsi dari hasil uji komposit silika mesopori/karbon aktif menunjukkan sifat monolayer yang mengikuti model isotherm Langmuir dengan kapasitas adsorpsi 68,493 mg g⁻¹.

Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada Dr. Yusmaniar, M.Si selaku dosen pembimbing dan koordinator program studi kimia, Prof. Erdawati, M.Sc selaku dosen pembimbing, dan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian.

Daftar Pustaka

- [1] Seyyedi K, Jahromi MA. Decolorization of azo dye CI Direct Black 38 by Photocatalytic method using TiO₂ and optimizing of process. APCBEE procedia. 2014 Jan 1;10:115-9.
- [2] Arifin Z, Irawan D, Rahim M, Ramantiya F. Adsorpsi zat warna direct black 38 menggunakan kitosan berbasis limbah udang delta Mahakam. Jurnal Sains dan Terapan Kimia. 2016 Oct 18;6(1):35-45.

- [3] Sauer TP, Casaril L, Oberziner AL, José HJ, Moreira RD. Advanced oxidation processes applied to tannery wastewater containing Direct Black 38—Elimination and degradation kinetics. *Journal of hazardous materials*. 2006 Jul 31;135(1-3):274-9.
- [4] Bafana A, Krishnamurthi K, Devi SS, Chakrabarti T. Biological decolourization of CI Direct Black 38 by *E. gallinarum*. *Journal of hazardous materials*. 2008 Aug 30;157(1):187-93.
- [5] Shelke VR, Bhagade SS, Mandavgane SA. Mesoporous silica from rice husk ash. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 2010;5(2):63.
- [6] Rahman NA, Widhiana I, Juliastuti SR, Setyawan H. Synthesis of mesoporous silica with controlled pore structure from bagasse ash as a silica source. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2015 Jul 5;476:1-7.
- [7] Purwaningsih D. Adsorpsi Multi Logam Ag (I), Pb (II), Cr (III), Cu (II) dan Ni (II) Pada Hibrida Etilendiamino-Silika Dari Abu Sekam Padi. *Jurnal Penelitian Saintek*. 2009 Apr 1;14(1):59-76.
- [8] Oh, C., Lee, Y. G., Choi, T. S., Jon, C. U., & Oh, S. G. (2009). Facile Synthesis of PEG-Silica Hybrid Particles Using One-Step Sol-Gel Reaction in Aqueous Solution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 349(1–3), 145–150.
- [9] Setyawan H, Balgis R. Mesoporous silicas prepared from sodium silicate using gelatin templating. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*. 2012 May;7(3):448-54.
- [10] Bani M, Santjojo DH, Masruroh M. Effect of Reduction Reaction Temperature on Carbon Purification based on Coconut Shell. *Natural B*. 2013;2(2):159-63.
- [11] Daud WM, Ali WS. Comparison on pore development of activated carbon produced from palm shell and coconut shell. *Bioresource technology*. 2004 May 1;93(1):63-9.
- [12] Siregar YD, Heryanto R, Lela N, Lestari TH. Karakterisasi Karbon Aktif Asal Tumbuhan dan Tulang Hewan Menggunakan FTIR dan Analisis Kemometrika. *Jurnal Kimia Valensi*. 2015 Nov 30;1(2):103-16.
- [13] Nuryono N, Narsito N. Effect Of Acid Concentration On Characters Of Silica Gel Synthesized From Sodium Silicate. *Indonesian Journal of Chemistry*. 2010 Jun 14;5(1):23-30.
- [14] Shameli K, Bin Ahmad M, Jazayeri SD, Sedaghat S, Shabanzadeh P, Jahangirian H, Mahdavi M, Abdollahi Y. Synthesis and characterization of polyethylene glycol mediated silver nanoparticles by the green method. *International journal of molecular sciences*. 2012 Jun;13(6):6639-50.
- [15] Kiasat AR, Nazari S, Davarpanah J. Facile synthesis of an organic–inorganic nanocomposite, PEG–silica, by sol–gel method; its characterization and application as an efficient catalyst in regioselective nucleophilic ring opening of epoxides: Preparation of β -azido alcohols and β -cyanohydrins. *Comptes Rendus Chimie*. 2014 Feb 1;17(2):124-30.
- [16] Tripathy S, Tadza M, Yuhui M, Thomas HR. On the intrusion of polyethylene glycol during osmotic tests. *Géotechnique Letters*. 2011;1(3):47-51.

