



**SINTESIS MEMBRAN KITOSAN-SILIKA
ABU SEKAM PADI UNTUK DEKOLORISASI
ZAT WARNA *CONGO RED***

Skripsi

**disajikan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia**

oleh

**Tania Prameswari
4311409046**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2013**

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis dalam Skripsi ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam Skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang,

Tania Prameswari
4311409046

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang,

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si
NIP. 196511111990031003

Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si
NIP. 196904041994021001

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

”Sintesis Membran Kitosan-Silika Abu Sekam Padi Untuk Dekolorisasi Zat
Warna *Congo Red*”

disusun oleh

Nama : Tania Prameswari

NIM : 4311409046

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas
Negeri Semarang pada tanggal 24 Juli 2013

Panitia:

Ketua,

Sekretaris,

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
NIP. 196310121988031001

Dra. Woro Sumarni, M.Si
NIP.196507231993032001

Ketua Penguji

Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si
NIP. 198212142009122004

Anggota Penguji/
Pembimbing Utama,

Anggota Penguji/
Pembimbing Pendamping,

Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si
NIP. 196511111990031003

Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si
NIP. 196904041994021001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO:

- *Barang siapa menuntut ilmu, maka Allah akan memudahkan baginya jalan menuju surga. (H.R Muslim dalam Shahih-nya).*
- *Seburukpun cuaca tidak akan hujan selamanya, mataharimu pasti akan terbit.*

Skripsi ini kupersembahkan untuk:

Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Penyayang

Bapak dan Ibuku tersayang

Adikku Tanaya Puspa Anggraeni tersayang

Adikku Syifa Febriana Putri tersayang

Teman-teman Go_Kill tersayang

Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2009

Ridho Wicaksono

Semua orang yang aku rayangi

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan kasih dan kemurahan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Sintesis membran Kitosan-Silika Abu Sekam Padi Untuk Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red*". Selama menyusun skripsi ini, penulis telah banyak menerima bantuan, kerjasama, dan sumbangan pemikiran dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
4. Ketua Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
5. Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si sebagai Pembimbing I yang telah memberikan petunjuk, arahan, dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
6. Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si sebagai Pembimbing II yang telah memberikan arahan, nasihat, dan motivasi dalam penyusunan skripsi ini.
7. Ella Kusumastuti, S.Si, M.Si sebagai Penguji yang telah memberi saran kepada penulis, sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
8. Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si sebagai dosen wali yang telah memberi nasehat, saran, dan pengarahan.
9. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan bekal dalam penyusunan skripsi ini.

10. Kedua orang tua tersayang, Bapak Sumanto dan Ibu Sriyati atas doa, kasih sayang, nasihat, pengertian, dan motivasi yang diberikan kepada penulis.
11. Kedua adikku tersayang, Tanaya Puspa Anggraeni dan Shiyfa Febriana Putri atas doa dan dukungan kepada penulis.
12. Bu Ida, Mas Huda, Mbak Dian, Bu Martin, Mbak Yuan, Mbak Fitri dan seluruh laboran serta teknisi laboratorium Kimia UNNES atas bantuan yang diberikan selama pelaksanaan penelitian.
13. Sahabat seperjuangan Nova dan Dyah yang selalu bersama dalam penelitian ini
14. Sahabat-sahabat terbaikku Go_Kill (Nova, Devita, Dyah, Ina, Uswa, Harits, Aziz, Natan, Fahrizal, Ulil) atas dukungannya.
15. Ridho Wicaksono atas doa, motivasi, nasihat, keceriaan, serta kasih sayang yang diberikan kepada penulis.
16. Teman-teman seperjuangan Kimia 2009 atas motivasi dan kebersamaannya selama ini. *We are agent of change, success for all.*
17. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan.

Semarang,

Penulis

ABSTRAK

Prameswari, Tania. 2013. Sintesis Membran Kitosan-Silika Abu Sekam Padi untuk Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si. dan Agung Tri Prasetya, S.Si., M.Si

Kata kunci: membran kitosan-silika, dekolorisasi, rejeksi, Congo Red

Studi tentang pengaruh penambahan silika dalam membran kitosan untuk proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* telah dilakukan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan silika terhadap karakteristik membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red*. Perbandingan kitosan-silika yang ditambahkan dalam membran dengan berbagai variasi yaitu 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2. Silika yang ditambahkan pada membran kitosan disintesis dari abu sekam padi. Silika yang terkandung dalam abu sekam padi hasil sintesis sebesar 69,51%. Karakterisasi kristalinitas silika abu sekam padi menggunakan XRD. Membran kitosan-silika hasil sintesis kemudian dikarakterisasi gugus fungsinya menggunakan FT-IR, penampang membran menggunakan *CCD Microscope MS-804*, uji permeabilitas membran dan penentuan rejeksi membran. Dari hasil spektra FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi baru setelah penambahan silika ke dalam membran yakni Si-OH, Si-O-Si, tekukan -CH dan -CH₂. Penambahan silika ke dalam membran adalah sebagai porogen untuk memberikan pori pada membran agar dekolorisasi lebih optimal. Aplikasi membran dalam proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* mendapatkan rejeksi optimal pada membran kitosan-silika 1:2 pH 5 dengan koefisien rejeksi sebesar 75% dan didukung dengan hasil uji penampang permukaan membran 1:2. Penggunaan membran secara berulang akan menimbulkan penyumbatan pada pori membran (*fouling*) sehingga menyebabkan penurunan kemampuan membran dalam proses dekolorisasi. Penurunan kemampuan membran kitosan-silika terjadi setelah penggunaan 4 kali dengan penurunan rejeksinya menjadi 37,05%.

ABSTRACT

Prameswari, Tania. 2013. Synthesis of Chitosan-Silica Membranes Rice Husk Ash for Decolorization of *Congo Red* Dyes. *Thesis*. Department of Chemistry, Chemistry Study Program, Faculty of Mathematics and Natural Science, Semarang State University. Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si. and Agung Tri Prasetya, S.Si., M.Si

Keywords: chitosan-silica membrane, decolorization, rejection, Congo Red

Studies on the effect of the addition of silica in the chitosan membrane for the decolorization of *Congo Red* dye has been done. The purpose of this study was to determine the effect of silica on the characteristics of chitosan-silica membranes for decolorization of *Congo Red* dye. Comparison of chitosan-silica added to the membranes with different variations of the 1:0; 1:0,5; 1:1, 1:1.5; 1:2. Silica is added to the chitosan membranes synthesized from rice husk ash. Silica contained in rice husk ash synthesized by 69.51%. Characterization of rice husk ash silica crystallinity using XRD. Chitosan-silica membranes synthesized then characterized their functional group using a FT-IR, cross section of the membrane surface using a CCD Microscope MS-804, membrane permeability test and the determination of membrane rejection. FT-IR spectra indicate the presence of new functional groups after the addition of silica into the membrane they are Si-OH, Si-O-Si, —CH and —CH₂ bending. The addition of silica to the membrane is as porogen to provide the membrane pores that is more optimal decolorization. Membrane application in the decolorization process of *Congo Red* dyes get optimal rejection on chitosan-silica membranes 1:2 pH 5 with rejection coefficient of 75% and is supported by the results of the test section 1:2 membrane surface. The repeatedly use of membrane will cause a blockage in the membrane pores (fouling), causing a decrease in the ability of decolorization process. Decrease the ability of chitosan-silica membranes occurs after use of four times with a 37.05% decline of rejection.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Sekam Padi.....	5
2.2 Abu Sekam Padi	6
2.3 Silika	7
2.4 Kitosan	8
2.5 Membran	9
2.5.1 Laju Aliran (Fluks).....	11
2.5.2 Permeabilitas	11
2.6 Dekolorisasi.....	12
2.7 <i>Congo Red</i>	13
2.8 Spektroskopi Difraksi sinar-X (<i>X-Ray Diffraction/XRD</i>).....	14

2.9	Spektrofotometer Infra Merah Transformasi Fourier	14
2.10	Spektrofotometer UV-Vis	15
2.11	Penelitian-penelitian Terkait	17
3.	METODE PENELITIAN	20
3.1	Lokasi Penelitian	20
3.2	Variabel Penelitian	20
3.3	Rancangan Penelitian	21
3.3.1	Alat dan Bahan	21
3.3.1.1	Alat Penelitian	21
3.3.1.2	Bahan Penelitian	22
3.3.2	Prosedur Kerja Kerja	22
3.3.2.1	Sintesis Silika Abu Sekam Padi	22
3.3.2.2	Pembuatan Larutan Natrium Silikat	23
3.3.2.3	Pembuatan Larutan Kitosan	24
3.3.2.4	Sintesis Membran kitosan-Silika.....	24
3.3.2.5	Uji <i>Swelling</i> Membran Kitosan-Silika.....	25
3.3.2.6	Uji Fluks Membran Kitosan-Silika	25
3.3.2.7	Pembuatan Larutan Induk <i>Congo Red</i> 1000 ppm	25
3.3.2.8	Penentuan panjang Gelombang Maksimal <i>Congo Red</i>	26
3.3.2.9	Pembuatan kurva Kalibrasi <i>Congo Red</i>	26
3.3.2.10	Permeabilitas Membran Kitosan Silika pada Proses Dekolorisasi	26
3.3.2.11	Penentuan Kinerja Membran Secara Berulang	27
4.	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	28
4.1	Sintesis Silika Abu Sekam Padi	28
4.2	Pembuatan Larutan Natrium Silikat.....	30
4.3	Karakterisasi Silika	31
4.3.1	Analisis Kadar Silika Abu Sekam Padi	31
4.3.2	Analisis Kristalinitas Silika	32
4.4	Sintesis Membran Kitosan-Silika	33
4.5	Karakterisasi Membran Kitosan-Silika	35
4.5.1	Uji Kapasitas Penyerapan Air Membran Kitosan-Silika	35
4.5.2	Uji Fluks Membran Kitosan-Silika	37
4.5.3	Karakterisasi Membran Kitosan-Silika dengan FT-IR.....	39
4.5.4	Morfologi Penampang Membran Kitosan-Silika.....	41
4.6	Penentuan Panjang Gelombang Maksimal Zat Warna <i>Congo Red</i>	43
4.7	Aplikasi Membran Kitosan-Silika	45

4.7.1	Optimasi pH Larutan Zat Warna <i>Congo Red</i> terhadap Filtrasi Membran Kitosan-silika	45
4.7.2	Proses Dekolorisasi Zat Warna <i>Congo Red</i> pada pH Optimum ..	47
4.7.3	Proses Dekolorisasi Zat Warna <i>Congo Red</i> secara Berulang	50
5.	PENUTUP	52
5.1	Kesimpulan	52
5.2	Saran	52
	DAFTAR PUSTAKA	54
	LAMPIRAN	58

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Komposisi Kimia Sekam Padi	5
2.2. Komposisi Kimia Abu Sekam Padi	7
2.3. Daftar Panjang Gelombang Sinar Tampak dan Warna-warna Komplemeniter	16
4.1. Hasil Data Randemen Silika Abu Sekam Padi	30
4.2. Data Hasil Uji <i>Swelling</i> Membran Kitosan-Silika.....	36
4.3. Hasil Fluks Membran Kitosan-Silika	37
4.4. Analisis Gugus Fungsi Membran Kitosan-Silika	40
4.5. Panjang Gelombang Maksimal Zat Warna <i>Congo Red</i> pada Berbagai Harga pH	44
4.6. Hasil Analisis Koefisien Rejeksi Membran Kitosan-Silika dalam Berbagai harga pH.....	45
4.7. Hasil Filtrasi Zat Warna <i>Congo Red</i> pada pH Optimal	48
4.8. Kinerja membran Kitosan-Silika Secara Berulang.....	50

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur Kimia Kitosan	9
2.2. Struktur <i>Congo Red</i>	13
4.1. Difraktogram Serbuk Silika	32
4.2. Diagram <i>swelling index</i>	36
4.3. Diagram Fluks Membran	38
4.4. Spektra FT-IR Gabungan Membran Kitosan-Silika Berbagai Variasi	39
4.5. Penampang Membran 1:0	41
4.6. Penampang Membran 1:2	42
4.7. Diagram Koefisien Rejeksi Membran pada berbagai harga pH.....	46
4.8. Diagram Koefisien Rejeksi Membran pada pH Optimal.....	48
4.9. Diagram Penurunan Kinerja Membran Kitosan-Silikasecara Berulang.....	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir Prosedur Penelitian	58
2. Hasil AAS	63
3. Data dan Perhitungan Kadar SiO ₂ dalam Na ₂ SiO ₃	64
4. Data dan Perhitungan <i>Swelling</i> dan Fluks Membran	64
5. Grafik Penentuan Panjang Gelombang maksimal <i>Congo Red</i>	67
6. Perhitungan Rejeksi Membran saat Aplikasi	68
7. Data JCPDS SiO ₂ no. 49-1425	77
8. Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:0	78
9. Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:0,5	79
10. Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:1	80
11. Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:1,5	81
12. Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:2	82
13. Hasil Uji Kristalinitas Serbuk Silika.....	83
14. Dokumentasi Penelitian	88

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Negara-negara agraris umumnya mempunyai masalah terhadap limbah hasil pertanian karena terbatasnya tempat pembuangan hasil sampingan tersebut. Hal ini berkaitan dengan banyaknya limbah sekam padi di sekitar penggilingan padi dan pemanfaatan limbah tersebut masih terbatas. Sekam padi lebih sering digunakan untuk keperluan sederhana misalnya untuk abu gosok, media tanaman, atau bahkan dibuang begitu saja. Abu sekam padi banyak mengandung silika, kandungan silika dari abu sekam padi adalah 94% – 96% dan apabila nilainya di bawah 90%, kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam padi yang telah terkontaminasi zat lain (Harsono, 2002).

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan aplikasinya sangat luas. Salah satu pemanfaatan serbuk silika adalah sebagai bahan pembuat membran padat. Membran silika dimanfaatkan untuk menyeleksi atau mereduksi kandungan unsur Fe, Mn, dan Mg dalam air (Mahmoud, 2007). Penelitian Suwarsa (1997), memanfaatkan sekam padi untuk penyerapan zat warna tekstil BR Red HE 7B. Gugus –OH selulosa dalam sekam padi mampu bereaksi dengan gugus-gugus yang ada pada zat warna tekstil sehingga zat warna tersebut terikat pada sekam padi.

Saat ini telah berkembang penelitian tentang pemanfaatan polimer alam sebagai membran yaitu membran selulosa dan turunannya. Silika mempunyai

stabilitas termal dan kimia yang baik serta masa pakai yang lama. Penggunaan silika abu sekam padi saja dalam sintesis membran, akan menghasilkan membran dengan struktur yang rapuh karena membran anorganik mempunyai kelemahan yaitu aplikasi terbatas, rapuh, dan mahal (Zulfikar & Ali, 2006). Untuk memperkuat membran diperlukan modifikasi agar karakteristiknya menjadi lebih baik misalnya peningkatan kestabilan membran (Jin *et al*, 2004), memperkecil ukuran pori membran sehingga pemisahan molekul atau rejeksi makromolekul di suatu membran lebih efektif (Wang *et al*, 2001). Kitosan merupakan biopolimer yang dapat digunakan sebagai bahan pembuat membran (Aryanto, 2002). Pengikatsilangan menggunakan kitosan adalah solusi untuk memperbaiki struktur membran yang rapuh.

Melihat potensi silika dan kitosan, kedua material tersebut dapat digunakan dalam pembuatan membran sebagai salah satu material yang dapat digunakan dalam proses filtrasi dan manfaat lainnya. Membran kitosan-silika, mempunyai prospek yang sangat baik, karena akan berdampak positif pada pengurangan impor membran yang selama ini dilakukan.

Saat ini telah banyak teknik yang digunakan untuk mengurangi intensitas warna pada limbah diantaranya adalah dengan koagulasi, filtrasi, elektrodekolorisasi, dan adsorpsi. Filtrasi dengan menggunakan membran mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan dengan metode pemisahan konvensional, antara lain pemisahan dapat dilakukan pada suhu kamar, relatif bersih dan ramah lingkungan. Zat warna terutama yang sintetis bersifat *non-degradable*, beracun, dan stabil (Gupta *et al*, 2004). Zat warna yang dibuang ke

sungai akan menghalangi masuknya sinar matahari ke dalam air sungai sehingga akan menghambat proses fotosintesis tumbuhan air (Namasivayam *et al*, 1996). Salah satu zat warna sintetik yang memiliki bahaya terhadap kesehatan tubuh manusia adalah *Congo Red*. Zat warna tersebut biasa digunakan pada industri tekstil. Limbah dari zat warna tersebut biasanya hanya dibuang ke lingkungan tanpa penanganan lanjutan. Apabila zat warna tersebut tertelan dapat mengakibatkan mual, muntah dan diare. Bahan ini apabila terkena mata dan teradsorpsi pada kulit dapat menyebabkan iritasi, kerusakan sistem pernapasan, dan menyebabkan kanker. Oleh karena itu zat warna limbah industri tekstil perlu diolah sebelum dibuang ke lingkungan.

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, penulis melakukan penelitian mengenai metode dekolorisasi zat warna *Congo Red* dengan menggunakan membran kitosan-silika abu sekam padi hasil sintesis.

1.2 Permasalahan

Berdasarkan hal-hal yang diungkapkan diatas, maka dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

- a. Bagaimana pengaruh penambahan silika terhadap karakterisasi membran kitosan-silika ?
- b. Bagaimana permselektivitas membran kitosan-silika terhadap dekolorisasi zat warna *Congo Red* ?
- c. Bagaimanakah kinerja membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* secara berulang ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah :

- a. Mengetahui pengaruh penambahan silika terhadap karakterisasi membran kitosan-silika.
- b. Mengetahui permselektivitas membran kitosan-silika terhadap dekolorisasi zat warna *Congo Red*.
- c. Mengetahui kinerja membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* secara berulang.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah :

- a. Memberikan informasi tentang pengaruh penambahan silika terhadap karakterisasi membran kitosan-silika.
- b. Memberikan informasi tentang permselektivitas membran kitosan-silika terhadap dekolorisasi zat warna *Congo Red*.
- c. Memberikan informasi tentang kinerja membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* secara berulang.
- d. Meningkatkan nilai tambah limbah pertanian yaitu sekam padi yang merupakan salah satu sumber silika untuk digunakan dalam sintesis material berbasis silika.
- e. Memberikan solusi dalam permasalahan penanganan limbah zat warna tekstil.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Sekam padi adalah bagian terluar dari gabah yang merupakan hasil samping dalam proses penggilingan padi. Sekitar 20% dari bobot gabah adalah sekam padi, dan 15% dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar. Kandungan silika abu sekam padi adalah 94-96% dan apabila nilainya di bawah 90% kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi zat lain (Harsono, 2002). Abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika. Mula-mula silika dibakar sempurna untuk menghasilkan abu putih yang bebas karbon. Kalsinasi sekam padi menyebabkan pengurangan berat lebih dari 70%, mengubah material silikon organik dalam sekam sehingga menjadi abu sekam padi putih. Komposisi kimia sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi kimia sekam padi (% berat)

No.	Komponen	% Berat
1.	H ₂ O	2,4-11,35
2.	Crude Protein	1,7-7,26
3.	Crude Fat	0,38-2,98
4.	Ekstrak Nitrogen Bebas	24,7-38,79
5.	Crude Fiber	31,37-49,92
6.	Abu	13,16-29,04
7.	Pentosa	16,94-21,95
8.	Selulosa	34,34-43,80
9.	Lignin	21,40-46,97

(Sumber : Saptowati, 2000)

Sekam padi terdiri dari senyawa organik dan senyawa anorganik. Komponen organik terdiri dari protein, serat, pentosa, selulosa, hemiselulosa dan lignin sedangkan komposisi anorganik terdapat dalam abunya (Soenardjo, 1991).

2.2 Abu Sekam Padi

Abu sekam yang merupakan hasil dekarbonisasi sekam, agar optimal menjadi adsorben perlu satu tahap selanjutnya yaitu aktivasi. Proses aktivasi kimia dipengaruhi oleh banyak faktor, antara lain jenis agen aktivator dan waktu perendaman. Dalam proses aktivasi kimia dapat digunakan bahan-bahan seperti alkali, hidroksida, sulfida, dan sulfat. Tujuan penambahan bahan kimia tersebut untuk membersihkan pengotor dan meningkatkan kualitas adsorben.

Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa, dan lain-lain akan diubah menjadi CO_2 dan H_2O . Abu berwarna keputih-putihan yang dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi sebanyak 13,1% - 29,04% berat kering. Disamping mengandung silika sebagai komponen utamanya, abu sekam juga mengandung senyawa-senyawa lain seperti pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Komposisi abu sekam padi

No.	Komponen	% Berat Kering
1.	SiO_2	86,9 – 97,8
2.	K_2O	0,58 – 2,50
3.	Na_2O	0,0 – 1,75
4.	CaO	0,20 – 1,50
5.	MgO	0,12 – 1,96
6.	Fe_2O_3	0,0 – 0,54
7.	P_2O_5	0,20 – 2,84
8.	SO_3	0,10 – 1,13
9.	Cl_2	0,0 – 0,41

(Soenardjo, 1991)

2.3 Silika

Silika merupakan mineral yang banyak terdapat di alam dalam keadaan bebas maupun campuran dengan mineral lainnya membentuk silikat. Dikenal dua macam silika yaitu silika amorf dan kristal. Silika amorf bervariasi dalam derajat hidrasi, sedang silika kristal terdiri dari berbagai macam jenis kwarsa, tridmit, dan kristobalit yang merupakan akibat dari modifikasi temperatur dari rendah ke tinggi yang merubah simetri kristal dari kerapatannya (Sugiyarto, 1996).

Membran silika banyak digunakan karena silika mudah ditemukan dan memiliki daya serap yang baik sehingga apabila digunakan dalam proses dekolorisasi akan mendapatkan hasil yang baik pula, di bawah ini merupakan sifat-sifat fisik dan kimia dari senyawa silika.

Sifat fisik dan kimia dari silika :

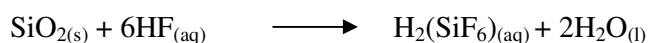
1. Sifat fisik

Silika mempunyai rumus molekul SiO_2 dan berwarna putih. Titik leleh silika adalah 1610°C , sedangkan titik didihnya 2320°C . Silika tidak larut dalam air dingin, air panas maupun alkohol tetapi dapat larut dalam HF (Sugiyarto, 1996).

2. Sifat kimia

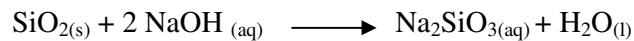
- a. Silika bersifat stabil terhadap hidrogen kecuali fluorin dan juga inert terhadap semua asam kecuali HF, reaksi dengan HF akan menghasilkan asam silikon heksafluorid.

Reaksi:



- b. Basa pekat misalnya NaOH dalam kondisi panas secara perlahan dapat mengubah silika menjadi silikat yang larut dalam air.

Reaksi:

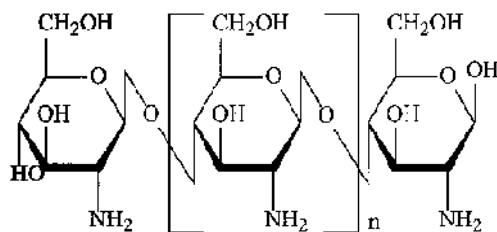


Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya dan aplikasinya sangat luas mulai bidang elektronik, mekanik, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni (Islam & Ani, 2000).

2.4 Kitosan

Kitosan adalah biopolimer alami terutama sebagai penyusun cangkang (kulit-kulit keras), udang-udangan, dan serangga, serta penyusun dinding sel ragi dan jamur. Karena sifatnya yang khas seperti bioaktivitas, dan biodegradasi, maka kitosan dapat memberikan kegunaan yang diterapkan dalam berbagai bidang (Manskarya & Droidsora, 1968).

Kitosan adalah poli-(2-amino-2-deoksi- β (1-4)-D-glukopiranos) dengan rumus molekul $(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4)_n$ yang dapat diperoleh dari deasetilasi kitin. Kitosan juga dijumpai secara alamiah di beberapa organisme seperti pada kepiting dan udang yang terkandung di cangkangnya (Sugita, 2009). Struktur kimia kitosan dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur kimia kitosan

Proses deasetilasi kitosan dapat dilakukan dengan cara kimiawi maupun enzimatik. Proses kimiawi menggunakan basa misalnya NaOH, dan dapat menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi yang tinggi, yaitu mencapai 85-93%. Namun proses kimiawi menghasilkan kitosan dengan bobot molekul yang beragam dan deasetilasinya juga sangat acak, sehingga sifat fisik dan kimia kitosan tidak seragam. Selain itu proses kimiawi juga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan, sulit dikendalikan, dan melibatkan banyak reaksi samping yang dapat menurunkan rendemen. Proses enzimatik dapat menutupi kekurangan proses kimiawi. Pada dasarnya deasetilasi secara enzimatik bersifat selektif dan tidak merusak struktur rantai kitosan, sehingga menghasilkan kitosan dengan karakteristik yang lebih seragam agar dapat memperluas bidang aplikasinya (Sugita, 2009).

2.5 Membran

Operasi membran dapat diartikan sebagai proses pemisahan dua atau lebih komponen dan aliran fluida melalui sebuah membran. Membran berfungsi sebagai penghalang untuk memisahkan antara 2 fasa, yang dapat melewatkan

komponen tertentu dan menahan komponen lain dari suatu aliran fluida melalui membran (Mulder, 1996).

Daya serap membran dapat dilihat dari permeabilitas membran tersebut. Permeabilitas suatu membran merupakan ukuran kecepatan dari suatu konstituen untuk menembus membran secara kuantitas dan sering dinyatakan sebagai fluks. Definisi fluks adalah jumlah volume permeat yang melewati satuan luas membran dalam waktu tertentu dengan adanya gaya dorong berupa tekanan (Mulder, 1996).

Proses pada membran melibatkan zat cair, gas, dan gaya dorong akibat adanya perbedaan tekanan, konsentrasi dan energi. Membran hanya dilalui oleh pelarut sedangkan zat terlarutnya akan teruraikan oleh struktur pori yang berfungsi sebagai penyaring molekul (Mulder, 1996).

Dalam operasi membran dikenal dua jenis aliran umpan, yaitu aliran *cross-flow* dan aliran *dead-end*. Pada sistem *cross flow*, aliran umpan mengalir melalui suatu membran, dengan hanya sebagian saja yang melewati pori membran untuk memproduksi permeat, sedangkan aliran pelarut atau cairan pembawa akan melewati permukaan membran sehingga larutan, koloid dan padatan tersuspensi yang tertahan oleh membran akan terus terbawa menjadi aliran balik. Pada sistem *dead-end*, keseluruhan dari fluida melewati membran (sebagai media filter) dan partikel tertahan pada membran, dengan demikian fluida umpan mengalir melalui tahanan membran dan tahanan penumpukan partikel pada permukaan membran (Mallack & Anderson, 1997). Dengan demikian, pada kasus sistem aliran *dead-end* penyumbatan (*clogging*) pada membran lebih cepat terjadi dibandingkan

dengan sistem aliran *cross-flow* karena deposisi partikel pada permukaan membran akan tersapu (*swept away*) oleh kecepatan aliran umpan.

Ada dua parameter utama yang menentukan kinerja membran, yaitu laju aliran (fluks) dan permselektivitas. Secara umum, fluks akan menentukan berapa banyak permeat yang dapat dihasilkan (kuantitas), sedangkan permselektivitas berkaitan dengan kualitas permeat.

2.5.1 Laju Aliran (Fluks)

Fluks adalah jumlah volume permeat yang melewati satu satuan permukaan luas membran dengan waktu tertentu dengan adanya gaya dorong dalam hal ini berupa tekanan. Secara umum fluks dapat dirumuskan sebagai berikut (Mulder, 1996).

$$J = \frac{V}{A \cdot t}$$

dimana:

J = Fluks (L/m².jam)

V = Volume permeat (liter)

A = Luas permukaan membran (m²)

t = Waktu (jam)

2.5.2 Permselektivitas

Permselektivitas suatu membran merupakan ukuran kemampuan suatu membran menahan suatu spesi atau melewatkan suatu spesi tertentu lainnya. Permselektivitas membran tergantung pada interaksi antar muka dengan spesi yang akan melewatinya, ukuran spesi dan ukuran pori permukaan membran. Parameter yang digunakan untuk menggambarkan permselektivitas membran

adalah koefisien rejeksi (R). Koefisien rejeksi adalah fraksi konsentrasi zat terlarut yang tidak menembus membran, dan dirumuskan sebagai berikut (Mulder, 1996) :

$$R = 1 - \frac{c_p}{c_f} \times 100\%$$

Dimana:

R = Koefisien rejeksi

C_p = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat

C_f = Konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Dengan harga R berkisar antara 0 sampai 1. Jika harga R = 1 berarti zat kontaminan ditahan oleh membran secara sempurna.

2.6 Dekolorisasi

Dekolorisasi adalah penurunan intensitas warna pada suatu larutan. Istilah dekolorisasi ini termasuk dalam adsorben, namun dalam dekolorisasi yang diserap adalah zat warna sedangkan pada adsorpsi lebih cenderung menyerap jenis-jenis logam berat. Dekolorisasi diartikan sebagai penghilang warna. (Koneman, 1994).

Bahan yang diserap disebut adsorbat, sedangkan bahan penyerapnya disebut adsorben. Material-material yang dapat digunakan sebagai adsorben diantaranya adalah asam humat, tanah diatomae, bentonit, karbon aktif, alumina, zeolit dan silika (Nurwahyudi, 2006).

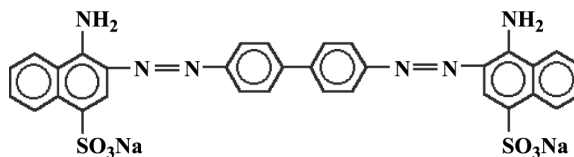
Dekolorisasi atau adsorpsi yang terjadi pada permukaan zat padat disebabkan oleh adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan zat padat. Energi potensial permukaan dari molekul turun dengan mendekatnya molekul ke

permukaan. Molekul teradsorpsi dapat dianggap membentuk dua fase dimensi dan biasanya terkonsentrasi pada permukaan atau antarmuka (Nurwahyudi, 2006).

2.7 *Congo Red*

Congo Red merupakan zat warna yang memiliki bahaya terhadap kesehatan tubuh manusia, diantaranya bila tertelan dapat mengakibatkan rasa mual pada lambung, muntah, dan diare. Bahan ini juga bila terkena mata dan teradsorpsi pada kulit dapat menyebabkan iritasi, dapat mengakibatkan kerusakan sistem pernapasan, menyebabkan kanker dan juga dapat menyebabkan gangguan reproduksi dan janin.

Congo Red (CR) yang memiliki rumus molekul $C_{32}H_{32}N_6O_6S_2Na_2$ juga dikenal dengan nama natrium difenil-bis-alfa-naftilamin sulfonat. Sedangkan rumus struktur *Congo Red* dapat dilihat pada Gambar 2.2



Gambar 2.2. Struktur *congo red*

Congo Red berbentuk bubuk berwarna merah kecoklatan, di dalam air akan berwarna merah kekuningan, sedangkan jika dilarutkan dalam etanol berwarna orange. Kelarutannya dalam air sebesar 25 g/L, dan pH nya sekitar 6,7 pada temperatur 20°C. Pada konsentrasi rendah, spektrum absorpsi UV-Vis menunjukkan intensitas puncak sekitar 498 nm dalam larutan *aqueous*. Selain dapat larut dalam air, *Congo Red* juga dapat larut dalam alkohol dan sedikit larut dalam aseton namun tidak larut dalam eter. *Congo Red* selain sering digunakan

sebagai zat warna atau pencelup, juga biasa digunakan sebagai indikator, zat warna biologis dan bahkan untuk keperluan diagnostik.

2.8 Spektroskopi Difraksi Sinar-X (*X-ray Diffraction/XRD*)

Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fase kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Prinsip kerja XRD, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat pada sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Jenis mineral penyusun sampel ditunjukkan oleh daerah munculnya puncak (2θ). Sedangkan tingkat kristalinitas struktur komponen ditunjukkan oleh tinggi rendahnya intensitas puncak. Data yang diperoleh dicocokkan dengan data pola difraksi sinar-X standar JCPDS (*Joint Commite of Powder Difrraction Standar*), atau hasil penelitian lain, sehingga senyawa yang terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi (Aji *et al*, 2009). Dalam penelitian ini, metode XRD digunakan untuk menentukan kristalinitas silika yang dihasilkan dari abu sekam padi.

2.9 Spektrofometer Inframerah Transformasi Fourier

Spektrofometer Inframerah Transformasi Fourier (FT-IR) merupakan teknik analisis kimia yang metodenya berdasarkan pada penyerapan sinar infra merah oleh molekul senyawa. Panjang gelombang IR tergolong pendek, yakni

0,78 – 1000 μm , sehingga tidak mampu mentransisikan elektron, melainkan hanya menyebabkan molekul bergetar atau bervibrasi (Khopkar, 1984).

Prinsip kerja FT-IR adalah mendeteksi karakteristik vibrasi pada gugus fungsi kimia. Ketika sinar infra merah berinteraksi dengan sampel, ikatan kimia akan mengalami *stretching* (rentangan), ataupun *bending* (bengkokan) (Sastrohamidjojo, 1992). Dalam penelitian ini, spektroskopi FT-IR digunakan untuk menentukan gugus fungsional yang terdapat pada membran kitosan-silika.

2.10 Spektrofotometer UV-Vis

Degradasi zat warna mengakibatkan berkurangnya zat warna tersebut. Berkurangnya konsentrasi zat warna dapat dianalisis dengan menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis. Spektrum UV dan daerah tampak (*visible*) untuk senyawa organik berhubungan dengan transisi elektronik pada tingkat-tingkat energi elektron tertentu. Transisi itu biasanya menyangkut transisi elektronik bebas dan orbital yang tidak terisi pada non bonding atau orbital anti bonding. Spektrofotometri didefinisikan suatu metode analisis kimia berdasarkan pengukuran seberapa banyak energi radiasi diadsorpsi oleh suatu zat sebagai fungsi panjang gelombang. Agar lebih mudah memahami proses adsorpsi tersebut ditunjukkan dari suatu larutan berwarna.

Proses adsorpsi ini kemudian dapat dijelaskan bahwa suatu molekul atau atom yang mengadsorpsi radiasi akan memanfaatkan energi radiasi tersebut untuk mengadakan eksitasi elektron. Eksitasi ini hanya akan terjadi bila energi radiasi yang diperlukan sesuai dengan perbedaan tingkat energi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi dan sifatnya karakteristik.

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengkaji sifat absorpsi material dalam rentang panjang gelombang ultraviolet (mulai sekitar 200 nm) hingga mencakup semua panjang gelombang cahaya tampak (sampai sekitar 700 nm) (Abdullah & Khairurrijal, 2010).

Analisis sampel menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 500 nm. Tabel 2.3 menunjukkan panjang gelombang sinar tampak dan warna-warna yang sesuai.

Tabel 2.3. Daftar panjang gelombang sinar tampak dan warna – warna komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna sinar tampak	Warna Komplementer
400 – 435	Ungu	Kuning - Kehijauan
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Hijau – Kebiruan	Orange
490 – 500	Biru – Kehijauan	Merah
500 – 560	Hijau	Merah – Ungu
560 – 580	Kuning - Kehijauan	Ungu
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Orange	Hijau – Kebiruan
610 – 750	Merah	Biru – Kehijauan

(Underwood dan Day, 1989)

Komponen-komponen yang mengabsorpsi dalam spektrofotometer UV-Vis dapat berupa absorpsi oleh senyawa-senyawa organik maupun anorganik. Gugus-gugus fungsional organik tidak jenuh yang mengabsorpsi sinar tampak dan UV ini dinamakan kromofor atau sering dikenal dengan pembawa warna. Contoh kromofor $-\text{NH}_2$, $-\text{C}=\text{C}$, $\text{C}=\text{O}$, $-\text{CHO}$, $-\text{NO}_2$, $-\text{N}\equiv\text{N}-$, dan lain-lain. Sedangkan absorpsi oleh senyawa-senyawa anorganik, spektra hampir semua ion-ion kompleks dan molekul-molekul anorganik menghasilkan puncak absorpsi agak

melebar. Pelebaran puncak pada ion-ion logam transisi disebabkan oleh faktor-faktor lingkungan kimianya.

Sebagian radiasi yang teradsorpsi oleh suatu larutan analit yang mengabsorpsi ternyata terdapat hubungan kuantitatif dengan konsentrasinya. Jumlah radiasi yang teradsorpsi oleh sampel dinyatakan hukum Lambert-Beer dan dijadikan dasar pada analisis kuantitatif spektrofotometri dan dinyatakan dengan rumus :

$$A = a \cdot b \cdot c$$

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot C$$

Keterangan :

A = absorbansi/ radiasi yang terabsorpsi

a = konstanta absorptivitas (L/mg.cm)

b = tebal larutan/ lebar kuvet (cm)

c = konsentrasi sampel (mg/L)

C = konsentrasi sampel (mol/L)

ε = koefisien ekstingisi ($\text{mol}^{-1}\text{dm}^3\text{cm}^{-1}$)

2.11 SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah metode analisis yang berdasarkan pada pengukuran radiasi cahaya yang diserap atom bebas. Analisis menggunakan SSA ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat peka, teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya.

Analisis SSA yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom – atom yang berada pada tingkat energi dasar (Kacaribu, 2008). Metode ini menggunakan hukum Lambert-Beer, yakni absorbansi berbanding langsung dengan tebal larutan dan konsentrasi larutan.

$$A = a b c$$

dimana:

A = absorbansi

a = konstanta disebut absorptivitas

b = tebal larutan

c = konsentrasi larutan

Prinsip kerja SSA adalah mengacu pada absorpsi atom terhadap cahaya. Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat unsurnya. Dengan absorpsi energi, atom akan memperoleh lebih banyak energi, sehingga akan naik tingkat energinya dari keadaan dasar (*ground state*) ke tingkat energi tereksitasi (*excited state*). Energi ini akan dipancarkan kembali ketika atom tereksitasi turun kembali ke keadaan dasarnya. Energi inilah yang akan terdeteksi oleh detektor (Hendayana, 1994).

Cuplikan yang diukur dalam SSA adalah berupa larutan, biasanya air sebagai pelarutnya. Larutan cuplikan tersebut mengalir ke dalam ruang pengkabutan, karena terisap oleh aliran gas bahan bakar dan oksigen yang cepat. Berbeda dengan spektroskopi sinar tampak, metode ini tidak mempedulikan warna larutan, sedangkan larutan cuplikan diatomisasi dahulu (Hendayana, 1994).

Penyerapan energi radiasi oleh atom-atom netral pada keadaan dasar, dengan panjang gelombang tertentu yang menyebabkan tereksitasinya dalam berbagai tingkat energi. Keadaan eksitasi ini tidak stabil dan akan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan sebagian atau seluruh energi eksitasinya dalam bentuk radiasi.

2.12 *Charge Couple Digital (CCD) Mikroskop MS-804*

Charge Coupled Digital (CCD) Mikroskop MS-804 merupakan sistem mikroskop video yang mengintegrasikan optik, serat optik dan komponen CCD. MS-804 mikro-inspeksi menggabungkan kinerja tinggi dengan fleksibilitas dan kemudahan penggunaan dengan teknologi kamera CCD yang dikombinasikan dengan *multi-exposure*, pencahayaan intensitas tinggi dan kuat LED untuk akuisisi cepat dan tajam, gambar resolusi tinggi (1280 x 960 piksel). Memungkinkan bagian dari subjek yang terlalu gelap atau terang pada sistem lain yang akan terlihat jelas dan ditangkap dalam satu gambar dengan mengubah kamera kecepatan rana dan menggabungkan gambar terang dan gelap. Sebuah fitur pembesaran digital baru memungkinkan perbesaran cepat dari fitur kepentingan meningkatkan efisiensi kerja.

MS-804 memanfaatkan kemajuan terbaru dalam analisis gambar digital untuk memberikan hasil kuat, namun menggunakan sistem inspeksi untuk memeriksa dimensi termasuk linier dan sudut pengukuran, pengukuran daerah dan menghitung fungsi ditambah berdasarkan ekstraksi warna.

2.13 Penelitian-Penelitian Terkait

Pencemaran lingkungan semakin meningkat seiring dengan perkembangan industri yang memberikan dampak negatif. Salah satu industri dengan hasil samping yang berdampak negatif adalah industri tekstil. Limbah zat warna apabila dibuang ke lingkungan akan sulit didegradasi sehingga menyebabkan pencemaran lingkungan yang berbahaya bagi kelangsungan hidup. Telah banyak dilakukan penelitian untuk mengurangi zat warna pada limbah tekstil.

Suwarsa (1998) telah melakukan penelitian tentang penyerapan zat warna tekstil BR Red HE 7B menggunakan jerami padi, didapatkan kondisi penyerapan optimal zat warna tekstil jenis BR Red HE 7B oleh jerami padi telah ditentukan. Pada kondisi asam HCl 0,1 M kapasitas penyerapan zat warna tekstil oleh jerami padi adalah 9,8 mg/g. Widjanarko (2006) melakukan penelitian tentang kinetika adsorpsi zat warna *Congo Red* dan *Rhodamine B* dengan menggunakan ampas tebu dan serabut kelapa. Ridwan (2011) melakukan penelitian tentang pembuatan membran komposit dari kitin-sekam padi untuk proses pervaporasi. Hasil karakteristik yang didapat dengan menggunakan analisis SEM terlihat bahwa membran memiliki kerapatan yang baik (*dense*) walaupun memiliki rengkahan yang disebabkan adanya agregat silika atau kitosan yang tidak larut. Yuniarti & Maharani (2012) memanfaatkan membran kitosan-silika untuk menurunkan kadar ion logam Pb(II) dalam larutan. Dari penelitian tersebut, membran kitosan-silika 3% mampu menyaring ion logam Pb(II) dengan koefisien rejeksi paling besar yaitu 26,84%. Analisis menggunakan SEM secara umum menunjukkan bahwa membran kitosan-silika mempunyai morfologi permukaan yang rapat dan halus.

Handayani (2009) melakukan sintesis membran nanokomposit berbasis nanopartikel dari sekam padi dan kitosan sebagai matriks biopolimer. Dari penelitian tersebut, didapatkan hasil SEM yang menunjukkan bahwa pengikat silangan antara silika dan kitosan terlihat paling rapat pada membran yang kandungan silikanya paling banyak. Semakin besar konsentrasi silika pada membran, struktur membran akan semakin kompak dan rapat. Tidak terlihat pori-pori pada membran, jika dibandingkan dengan hasil uji fluks seharusnya membran yang paling banyak silikanya akan memiliki pori yang paling banyak. Dari beberapa penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa air tidak hanya melewati pori tapi juga dapat meresap melalui silika.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang. Preparasi dan uji membran dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Negeri Semarang. Uji karakteristik silika abu sekam padi dilakukan di Laboratorium Analitik Universitas Gadjah Mada, uji karakteristik membran dilakukan di Laboratorium Organik Universitas Gadjah Mada dan Laboratorium Fisika Universitas Negeri Semarang.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang nilainya divariasi. Dalam penelitian ini yang merupakan variabel bebas adalah komposisi silika yang ditambahkan dalam sintesis membran kitosan-silika dan pH larutan zat warna *Congo Red*.

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Dalam penelitian ini, sebagai variabel terikat adalah konsentrasi zat warna yang terserap dan hasil karakterisasi membran meliputi (i) penampang membran, (ii) gugus fungsi pada membran, (iii) daya serap membran, (iv) fluks membran.

3.2.3 Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah faktor yang mempengaruhi hasil reaksi, tetapi dapat dikendalikan. Variabel terkontrol dalam penelitian ini yang akan dilakukan pada saat sintesis membran adalah suhu, ketebalan membran, konsentrasi pelarut (CH_3COOH 2%). Sedangkan pada saat aplikasi adalah suhu, volume dan konsentrasi awal zat warna.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Alat dan Bahan

3.3.1.1 *Alat Penelitian*

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini :

1. Alat-alat gelas
2. Kertas saring
3. Inkubator
4. Oven
5. Ayakan 100 mesh
6. Neraca analitik AND GR-200
7. *Tube furnace* 79400
8. *Hot plate stirrer*
9. Shimadzu *x-ray diffractometer*-7000
10. Pompa vakum
11. Spektrofotometer UV-Vis shimadzu 1240
12. Spektrometer FT-IR shimadzu-8201 pc
13. AAS model Analyst 100 buatan Perkin Elmer

14. Digital CCD *Microscope* MS-804.

3.3.1.2 *Bahan Penelitian*

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini :

1. Kitosan
2. Sekam padi
3. Akuades
4. HCl kadar 36% rapatan 1,19 g/cm³ BM 36,453 (*E.Merck*),
5. NaOH kadar 96% rapatan 2,13 g/cm³ BM 39,99717 (*E.Merck*)
6. CH₃COOH kadar 100% rapatan 1,05 g/cm³ BM 60,05 (*E.Merck*)
7. Zat warna *Congo Red* (*E.Merck*)

3.3.2 **Prosedur Kerja**

3.3.2.1 *Sintesis Silika Abu Sekam Padi*

Tahap pertama sintesis silika abu sekam padi adalah pencucian. Sekam padi dicuci menggunakan akuades, yang bertujuan untuk membersihkan sekam dari pengotor. Pencucian dilakukan sampai diperoleh pH netral. Pengeringan, sekam padi yang telah dicuci kemudian dikeringkan. Pengeringan dilakukan dengan cara dijemur dengan sinar matahari kemudian menggunakan oven. Proses pengarangan dilakukan dengan cara sekam padi dipanaskan hingga menjadi arang (berwarna hitam) pada tungku terbuka. Arang sekam padi diabukan dalam *furnace* pada suhu 600 °C selama 3 jam, kemudian diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

Pemurnian abu sekam padi dilakukan dengan menggunakan asam yaitu HCl. Pengasaman dilakukan untuk memisahkan silika dari abu sekam padi dan

memurnikan silika dari impuritas akibat adanya oksida logam dan nonlogam. Proses pengasaman dilakukan dengan cara abu sekam padi dimasukan kedalam cawan petri kemudian dibasahi dengan akuades panas, selanjutnya ditambahkan 5 mL HCl 36% dan diuapkan sampai kering selama 6 jam. Setelah abu sekam kering, dipindahkan ke dalam gelas piala kemudian dituangkan 20 mL akuades dan 1 mL HCl 36%. Campuran tersebut dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* selama 5 menit dan disaring serta dicuci sebanyak 4-5 kali dengan akuades panas. Hasil dari penyaringan dipanaskan bersama kertas saringnya mula-mula pada suhu 300 °C selama 30 menit hingga kertas saring ikut terbakar dan laba-laba habis kemudian dilanjutkan dipanaskan pada suhu 600 °C dengan menggunakan *furnace*. Diperoleh silika berwarna putih (Handayani, 2009). Silika hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan Shimadzu *X-Ray Diffractometer-7000* untuk mendapatkan kristalinitasnya.

3.3.2.2 Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Sebanyak 20 gram silika abu sekam padi dilarutkan dalam 158 mL NaOH 4M. Setelah diaduk maka larutan tersebut akan mengental dan akan menjadi padatan natrium silikat yang berwarna coklat kehijauan. Kemudian padatan tersebut di *furnace* pada suhu 600 °C selama 30 menit dan menjadi berwarna coklat keputihan. Padatan yang didapatkan dilarutkan dalam 200 mL aquades sehingga menjadi larutan natrium silikat yang berwarna coklat kekuningan kemudian akan dilakukan karakterisasi menggunakan AAS untuk mendapatkan kandungan SiO₂ dalam larutan natrium silika tersebut (Mujiyanti, 2010).

3.3.2.3 Pembuatan Larutan Kitosan

Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 2 gram kitosan ke dalam 100 mL CH_3COOH 2%. Campuran diaduk selama 30 menit hingga homogen (Cregg *et al*, 2009).

3.3.2.4 Sintesis Membran Kitosan-Silika

Membran dibuat dengan mencampurkan larutan natrium silikat dengan larutan kitosan. Ketebalan membran dikendalikan dengan menyeragamkan volume larutan yang akan dicetak dan cetakan yang akan digunakan. Sintesis membran dilakukan dengan variasi perbandingan volume kitosan dengan larutan natrium silikat yaitu 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2 membentuk 100 mL campuran larutan kitosan-silika. Setelah itu campuran larutan natrium silikat dengan kitosan diaduk dengan stirrer selama 30 menit agar homogen. Setelah homogen, larutan tersebut dicetak dan dikeringkan sehingga terbentuk membran (Handayani, 2009). Setelah membran dicetak dan kering, membran direndam dalam NaOH 5% selama 1 hari untuk menetralkan membran kering yang masih bersifat asam. Kemudian dilakukan uji swelling dan uji fluks membran kemudian dilakukan karakterisasi terhadap gugus fungsi menggunakan Spektrofotometer Inframerah Transformasi Fourie (FT-IR) untuk semua variasi membran dan uji morfologi dan penampang membran menggunakan Digital CCD *Microscope* MS-804 untuk membran yang memiliki kondisi optimal setelah digunakan untuk aplikasi.

3.3.2.5 Uji Swelling Membran Kitosan-Silika

Uji *swelling* dilakukan dengan cara membran kitosan-silika hasil sintesis ditimbang kemudian direndam dalam akuades dan diulang beberapa kali hingga didapatkan berat konstan (Handayani, 2009). Setelah dilakukan perendaman, membran dikeringkan permukaannya dengan menggunakan tisu kemudian ditimbang beratnya. Setelah didapatkan berat membran yang konstan, persen *swelling* dapat dihitung dengan persamaan

$$\% \text{ swelling} = \frac{W \text{ basah} - W \text{ kering}}{W \text{ kering}} \times 100\%$$

3.3.2.6 Uji Fluks Membran Kitosan-Silika

Uji fluks dilakukan untuk mengetahui volume permeat yang melewati suatu membran pada waktu tertentu dengan adanya daya dorong atau tekanan. Uji fluks juga dapat menentukan seberapa kuat membran dilewati oleh suatu cairan (*feed*). Membran yang akan diuji dipotong sesuai dengan alat untuk pengujian. Sebelum dilakukan pengujian membran direndam terlebih dahulu dalam akuades selama 12 jam untuk membuka pori-pori membran (Handayani, 2009). Kemudian membran diletakkan pada alat uji. Pengukuran fluks dilakukan dengan cara menampung permeat yang keluar dari 25 mL larutan awal yang kemudian dicatat waktunya. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing membran.

3.3.2.7 Pembuatan Larutan Induk Congo Red 1000 ppm

Sebanyak 1,000 gram *Congo Red* dilarutkan dengan akuades pada labu takar 1000 mL.

3.3.2.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimal Zat Warna Congo Red

Sampel larutan zat warna *Congo Red* 20 ppm dianalisis pada panjang gelombang 450-600 nm dengan variasi pH yaitu 5, 6, 7, 8, 9 kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.3.2.9 Pembuatan Kurva Kalibrasi Zat Warna Congo Red

Sampel larutan zat warna *Congo Red* 5, 7, 10, 15, 17, 20 ppm dianalisis pada panjang gelombang maksimal zat warna *Congo Red* dengan variasi pH yaitu 5, 6, 7, 8, 9 kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan dibuat kurva kalibrasi.

3.3.2.10 Permselektivitas Membran Kitosan-Silika pada Proses Dekolorisasi

3.3.2.10.1 Optimasi pH Larutan Zat Warna Congo Red Terhadap Filtrasi Membran Kitosan-Silika

Sebanyak 25 mL larutan zat warna 20 ppm ditambahkan dengan larutan buffer untuk memperoleh pH yang diinginkan (5, 6, 7, 8, 9). Kemudian melewati larutan tersebut pada membran dengan aliran *death flow* setelah itu filtrat diukur absorbansinya.

3.3.2.10.2 Permselektivitas Membran Kitosan-Silika Untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna Congo Red Pada pH Optimum

Sebanyak 25 mL larutan zat warna *Congo Red* dengan konsentrasi 20 ppm pada pH optimal, dilewatkan pada membran menggunakan pompa vakum dengan metode *dead-end*. Hasil yang didapat kemudian ditampung dan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.3.2.11 Penentuan Kinerja Membran Setelah Penggunaan Berulang

Membran paling optimal yang telah digunakan dalam proses dekolorisasi digunakan kembali untuk proses dekolorisasi larutan zat warna *Congo Red* pada pH optimal hingga di dapatkan perbedaan hasil pengukuran rejeksi membran yang merupakan penurunan kinerja membran setelah digunakan berulang.

BAB 4

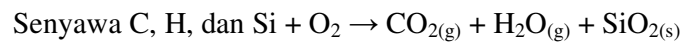
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini disajikan hasil penelitian dan pembahasan tentang karakterisasi abu sekam padi meliputi kandungan silika dalam abu sekam padi yang dianalisis menggunakan AAS, sintesis membran kitosan-silika abu sekam padi dan karakterisasinya, yaitu identifikasi gugus fungsi menggunakan FT-IR, uji *swelling*, aplikasi membran untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* ditinjau dari uji permselectivitas membran dan uji penampang membran menggunakan CCD *Microscope* MS-804. Pengaruh penambahan volume natrium silikat dalam membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* juga dibahas pada bab ini.

4.1 Sintesis Silika Abu Sekam Padi

Serbuk silika yang akan dihasilkan dalam penelitian ini didapatkan dari sekam padi yang telah diolah dari beberapa tahap pengarangan dan pengabuan pada suhu tinggi. Sekam padi yang akan digunakan harus dicuci terlebih dahulu untuk menghilangkan pengotor-pengotor dan menjadikan sekam padi tersebut bersih sehingga menurunkan impuritas atau ketidakmurnian silika yang dihasilkan. Sekam padi yang telah bersih akan melalui tahap pengeringan agar mengurangi air pada permukaan sekam padi tersebut ditandai dengan terjadinya pengurangan volume saat pengeringan karena terjadi penguapan air. Pengeringan dilakukan di bawah sinar matahari. Kekurangan pengeringan dengan metode ini adalah dibutuhkan waktu yang lebih lama daripada pengeringan dengan

menggunakan oven. Tahap selanjutnya yaitu pengarangan pada tungku terbuka dengan tujuan untuk memudahkan pengabuan sekam padi. Sekam padi yang telah mengalami pengarangan akan berwarna hitam. Tahap selanjutnya untuk mendapatkan silika abu sekam padi yaitu dengan pengabuan pada suhu tinggi. Arang sekam padi akan diabukan dengan menggunakan *furnace* temperatur 600°C selama 1 jam sehingga di dapatkan abu sekam padi yang berwarna putih. Pada pengabuan sekam padi kemungkinan terjadi reaksi berikut (Nuryono, 2004) :



Abu sekam padi yang didapatkan kemudian melalui proses pemurnian yang dilakukan dalam kondisi asam yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan logam dan nonlogam dalam abu sekam padi. Pemurnian ini menggunakan asam klorida (HCl) 37% yang akan mengikat oksida logam dan nonlogam diantaranya P_2O_5 , K_2O , MgO , Na_2O , CaO dan Fe_2O_3 menjadi kloridanya sedangkan silika akan diubah menjadi asamnya. Hasil pengasaman kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven untuk menguapkan pelarut. Abu sekam padi yang telah dimurnikan berwarna kecoklatan. Tahap selanjutnya yaitu diabukan kembali pada temperatur 600°C selama 1 jam untuk mempermudah reaksi penguraian dan pelepasan oksida logam dan nonlogam. Suhu yang tinggi akan memberikan tambahan energi bagi abu sekam padi untuk memutuskan ikatan antar atom-atom pembangun unsur atau molekul. Pemutusan ikatan tersebut memungkinkan masing-masing atom menjadi bebas keluar dari abu sekam padi, sehingga yang tersisa adalah silika murni.

Sekam padi hasil sintesis dihitung rendemen yang dihasilkan. Rendemen yang dimaksud adalah banyaknya silika abu sekam padi. Data yang diperoleh untuk perhitungan rendemen silika abu sekam padi adalah sebagai berikut:

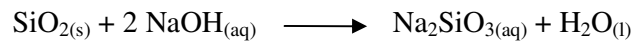
Tabel 4.1 Data Hasil Rendemen Silika Abu Sekam Padi

No	Massa Arang Sekam Padi (gram)	Massa Silika Abu Sekam Padi (gram)	Kadar Silika Abu Sekam Padi (%)
1.	180	90,6482	49,6398
2.	250	122,0160	51,1936
3.	250	119,3080	52,2768
Kadar rata-rata silika abu sekam padi			51,0367%

4.2 Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Silika hasil sintesis yang telah dikarakterisasi merupakan bahan yang digunakan dalam pembuatan membran yang akan dicampurkan dengan larutan kitosan 2%. Silika yang ditambahkan dalam bentuk larutan natrium silikat karena akan lebih mudah larut dengan larutan kitosan daripada silika serbuk. Larutan natrium silikat didapatkan dengan cara menambahkan larutan NaOH 4 M sebanyak 158 mL dengan 20 gram silika abu sekam padi. Proses tersebut bertujuan untuk pelarutan basa atau destruksi basa. Larutan tersebut kemudian dipanaskan dan diaduk hingga mengental dan terbentuk gel yang berwarna coklat kehijauan yang apabila didinginkan akan mengeras. Padatan silika yang telah mengeras tersebut kemudian di panaskan dengan *furnace* pada suhu 600°C selama 30 menit agar mempercepat proses perubahan abu sekam padi menjadi natrium silikat (Na_2SiO_3) menjadi lebih optimal. Padatan natrium silikat yang terbentuk berwarna coklat keputihan. Padatan natrium silikat kering dilarutkan dalam 200 mL aquademin dan didiamkan satu malam agar terbentuk larutan natrium silikat. Larutan yang telah terbentuk kemudian disaring yang bertujuan untuk

memisahkan endapan yang tidak larut. Larutan natrium silikat yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan. Reaksi yang terjadi pada saat pembentukan natrium silikat adalah sebagai berikut:



Pada temperatur yang tinggi, NaOH meleleh dan terdisosiasi sempurna membentuk ion natrium dan ion hidroksida. Pada SiO_2 , elektronegativitas atom O yang tinggi menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk intermediet $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$ yang tidak stabil. Kemudian terjadi dehidrogenasi dan ion hidroksil yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air. Dua ion Na^+ akan menyeimbangkan muatan negatif yang terbentuk dan berinteraksi dengan ion SiO_3^{2-} sehingga terbentuk natrium silikat (Na_2SiO_3) (Alex, 2005).

4.3 Karakterisasi Silika

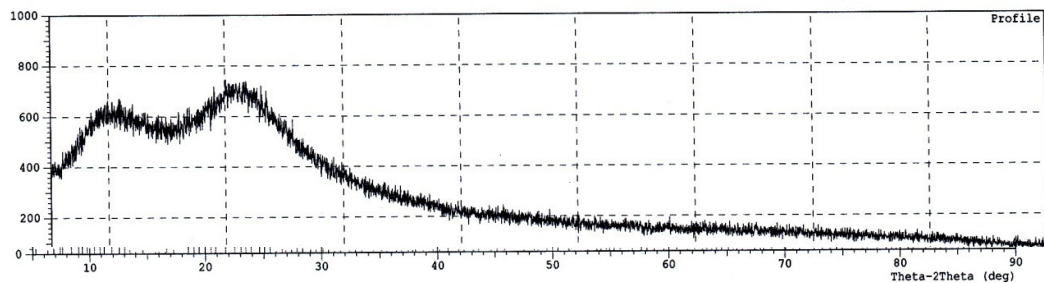
4.3.1 Analisis Kadar Silika Abu Sekam Padi

Analisis menggunakan AAS ditujukan untuk mengetahui kandungan silika abu sekam padi hasil sintesis tersebut. Berdasarkan data setelah dilakukan pengujian dengan menggunakan AAS, didapatkan kandungan silika dalam abu sekam padi sebesar 69,51%. Banyaknya kandungan silika dalam abu sekam padi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu temperatur pemanasan dan konsentrasi asam saat pemurnian. Semakin tinggi temperatur dan konsentrasi asam saat pemurnian akan menghasilkan silika dengan kadar lebih besar.

Menurut Kalapathy *et al* (2000), abu sekam padi mempunyai kandungan silika yang cukup tinggi (>60%), sehingga cukup potensial untuk digunakan sebagai sumber silika pada sintesis bahan berbasis silika seperti membran silika.

4.3.2 Analisis Kristalinitas Silika

Analisis menggunakan XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristalin serbuk silika hasil sintesis. Analisis kualitatif ini dilakukan pada kondisi operasi dengan melibatkan radiasi Cu, Step size 0,0200 derajat, tegangan 40,0 kV dan arus 30,0 mA. Sampel *discan* dari daerah pengamatan antara 5,0000 - 90,0000 derajat. Data yang diperoleh berupa jarak antar bidang, intensitas dan besar sudut (2θ) yang kemudian dicocokkan dengan data pola difraksi sinar - X JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) atau hasil penelitian lain yang telah dilakukan sehingga senyawa yang terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi, difraktogramnya disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Difraktogram serbuk silika

Pola difraksi untuk silika gel menunjukkan puncak yang melebar dengan pusat puncak $2\theta = 29,6261$. Menurut (Kalaphaty, 2000) bentuk puncak yang lebar dengan pusat puncak disekitar $2\theta = 22$ menunjukkan bahwa silika bersifat amorf. Dalam silika amorf penyusunan atom terjadi secara acak atau dengan derajat keteraturan yang rendah (Kalaphaty, 2000).

Pada difraktogram untuk serbuk silika muncul puncak tajam pada $2\theta = 21,7200$; $2\theta = 20,8800$, dan $2\theta = 22,5200$. Puncak tajam pada $2\theta = 22,5200$ menunjukkan bahwa serbuk silika mengandung senyawa SiO_2 dalam bentuk

mineral amorf. Hal tersebut ditunjukkan dengan terbentuknya puncak yang tidak terlalu tajam dengan intensitas yang relatif rendah. Serbuk silika dalam fasa amorf lebih mudah larut jika dibandingkan dengan fasa kristalin (Nur, 2001). Puncak tajam serbuk silika $2\theta = 22,5200$ dibandingkan dengan JCPDS nomor 39-1425 ternyata hampir sama. Pada data JCPDS tersebut terdapat puncak tajam $2\theta = 22,003$. Dari data hasil pencocokan tersebut, silika hasil sintesis merupakan fase amorf.

4.4 Sintesis Membran Kitosan-Silika

Membran pada penelitian ini dibuat dengan teknik *phase inversion*, dimana suatu larutan homogen polimer akan mengalami proses *demixing* menjadi dua fasa cair-cair. Fasa cair yang kaya polimer akan membentuk matriks sedangkan fasa cair yang miskin polimer akan membentuk pori (Heryanto, 2012).

Polimer yang digunakan adalah kitosan yang telah ditambahkan porogen dengan metode penguapan pelarut. Pelarut yang digunakan adalah asam asetat 2% dalam air. Asam asetat memiliki tingkat volatilitas lebih besar daripada air, sehingga metode penguapan pelarut adalah metode yang tepat. Membran akan terbentuk setelah mengalami proses penguapan pelarut. Dengan bantuan porogen silika, maka membran memiliki pori-pori (Heryanto, 2012).

Tahap awal pembuatan membran kitosan-silika adalah dengan mencampurkan larutan kitosan 2% dengan larutan natrium silikat sebagai sumber silika. Pelarutan kitosan menggunakan larutan asam asetat 2% (v/v) karena kelarutan kitosan paling baik dalam asam asetat 2% (Liu *et al*, 2003).

Penambahan silika ke dalam larutan kitosan adalah sebagai porogen bertujuan untuk membentuk pori pada membran sehingga meningkatkan permeabilitas membran (Berghuis, 2008). Seperti porogen pada umumnya, silika dapat membuat membran kitosan memiliki pori-pori. Silika akan membentuk pori dengan ikatan silika-oksigen antar molekul sehingga membentuk rantai panjang SiO_2 (membentuk rantai panjang Si-O-Si) dan ikatan antara silika dengan oksigen pada gugus -OH (membentuk ikatan Si-O-C) (Smitha dalam Heryanto, 2012).

Dengan komposisi kitosan-silika yang tepat, akan didapatkan pori dengan struktur yang lebih baik dan kuat seperti yang dilaporkan oleh Liu *et al* (2003). Namun dengan perbandingan kitosan yang terlalu rendah atau terlalu banyak akan dihasilkan membran yang rapuh akibat dari dinding porinya yang tipis dan tidak kuat menahan berat matriks.

Homogenitas larutan kitosan-silika didapatkan melalui proses *stirrer* selama 1 jam dengan metode sol gel silika berupa larutan natrium silikat. Metode sol gel sering dipakai dalam sintesis membran atau modifikasi membran berpori karena homogenitasnya (Kim, 2011). Membran dibuat dengan metode inversi fasa dimana terdapat proses transformasi polimer dari fasa cair menjadi fasa padat (membran). Dalam proses pencampuran larutan kitosan dengan natrium silikat dilakukan variasi volume, antara lain 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2. Ketebalan membran dijaga dengan cara menyeragamkan wadah pencetak dan volume larutan kitosan-silika tersebut. Wadah pencetak dari kaca ataupun gelas perlu dihindari untuk mencegah interaksi antara silika dengan kaca. Larutan kitosan-silika yang telah dicetak kemudian dikeringkan pada suhu kamar hingga terjadi proses

gelatinisasi bertahap yang kemudian diikuti dengan proses gel yang mengering karena pelarut menguap sempurna.

Membran kitosan-silika dalam keadaan kering masih bersifat asam karena menggunakan pelarut asam dan juga mudah larut dalam air sehingga perlu dinetralkan dengan basa. Perendaman membran dalam alkali (Lin, 2007) bertujuan untuk mengubah NH_3^+ menjadi NH_2 . Selain itu perendaman dengan NaOH juga berfungsi untuk mengkoagulasi membran kitosan-silika agar menjadi lebih stabil. Membran kitosan yang sudah kering berbentuk seperti plastik dan agak lembek ketika direndam dengan air.

4.5 Karakterisasi Membran Kitosan-Silika

Karakteristik membran kitosan dapat diketahui dengan melakukan beberapa pengujian yaitu pengujian gugus fungsi dalam membran menggunakan FT-IR, penampang membran menggunakan *CCD Mikroskop MS-804*, penentuan kapasitas penyerapan air oleh membran menggunakan uji *swelling*, dan penentuan permeabilitas membran menggunakan uji *fluks* membran.

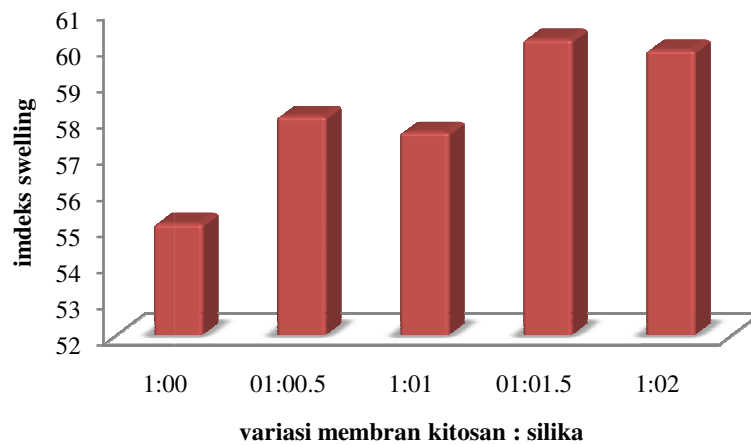
4.5.1 Uji Kapasitas Penyerapan Air (*Swelling*) Membran Kitosan-Silika

Uji *Swelling* (pengembangan) pada membran ini bertujuan untuk memprediksi ukuran zat yang bisa terdifusi ke dalam membran. *Swelling* (pengembangan) juga dapat menandakan bahwa masih terdapat rongga di antara ikatan dalam polimer, yang mana rongga ini dapat mempengaruhi sifat mekanik polimer, semakin kecil rongga maka semakin tinggi sifat mekaniknya (Sartika, 2008). Hasil pengujian kapasitas penyerapan air oleh membran kitosan-silika disajikan pada Gambar 4.2.

Tabel 4.2. Data hasil uji *swelling* membran kitosan-silika

Variasi Membran Kitosan-Silika	<i>Swelling Index</i>
1:0	55,09 %
1:0,5	58,06 %
1:1	57,62 %
1:1,5	60,19 %
1:2	59,89 %

Dari Tabel 4.2 dapat dilihat penurunan *swelling Index* pada Gambar 4.2.

Gambar 4.2. Diagram batang *swelling index* membran kitosan : silika

Dari Gambar 4.2. terdapat perbedaan kapasitas penyerapan air oleh membran kitosan dengan membran kitosan-silika. Derajat penyerapan air ditentukan dengan metode gravimetri yaitu dengan menghitung selisih massa kering dan massa basah membran. Membran kitosan-silika mempunyai derajat kapasitas penyerapan air yang lebih tinggi karena *swelling* dari material hibrida akan bertambah dengan bertambahnya konsentrasi larutan natrium silikat sebagai sumber silika (Huang *et al*, 2009). Dari uji *swelling* juga dapat dilihat bahwa semakin sedikit penambahan silika, maka konsentrasi kitosan akan lebih tinggi dalam membran sehingga hasil persen *swelling* semakin kecil, hal ini disebabkan

dengan semakin tinggi konsentrasi kitosan maka jarak antar molekul dalam kitosan akan semakin rapat dan pori-pori yang terbentuk pada membran akan semakin kecil sehingga air sulit berdifusi ke dalam membran yang menyebabkan kemampuan mengembangnya kecil. Sebaliknya, semakin rendah konsentrasi kitosan dalam membran karena penambahan silika yang lebih banyak, maka kemampuan mengembangnya besar, hal ini disebabkan karena dengan konsentrasi kitosan yang kecil maka semakin banyak pelarut yang digunakan atau semakin sedikit zat terlarutnya, maka pori-pori membran yang terbentuk semakin besar. Membran yang derajat penyerapan airnya lebih dari 50% dapat digunakan untuk absorpsi atau filtrasi (Handayani, 2009).

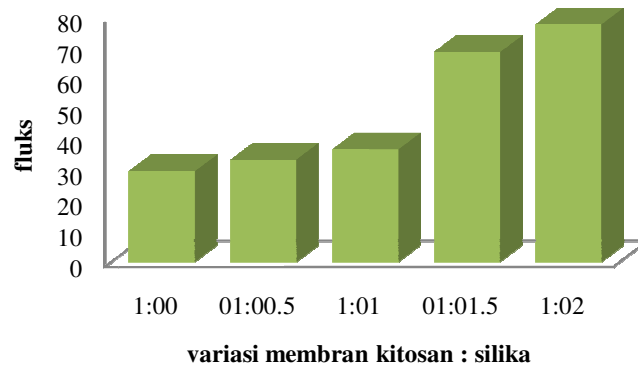
4.5.2 Uji Fluks Membran Kitosan-Silika

Uji fluks dilakukan untuk mengetahui volume permeat yang melewati suatu membran pada waktu tertentu dengan adanya daya tekanan, uji fluks juga dapat menentukan seberapa kuat membran dapat dilewati suatu cairan. Membran yang akan diuji dipotong sesuai dengan tempat pengujian, dalam pengujian ini membran dipotong dengan diameter 4 cm. Sebelum diuji membran direndam dalam akuades selama 1 jam. Perendaman dalam akuades adalah untuk membuka pori membran sehingga saat digunakan dalam proses filtrasi lebih maksimal. Hasil dari fluks membran ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil fluks membran kitosan-silika

No.	Variasi membran kitosan-silika	Volume awal (mL)	Luas permukaan membran (m ²)	Waktu (jam)	Fluks (L/m ² .jam)
1.	1 : 0	25	1,256x10 ⁻³	0,6673	29,83
2.	1 : 0,5	25	1,256x10 ⁻³	0,5932	33,55
3.	1 : 1	25	1,256x10 ⁻³	0,5389	36,91
4.	1 : 1,5	25	1,256x10 ⁻³	0,2906	68,82
5.	1 : 2	25	1,256x10 ⁻³	0,257	77,82

Dari Tabel 4.3. dapat dilihat diagram penurunan fluks membran kitosan : silika pada Gambar 4.3.

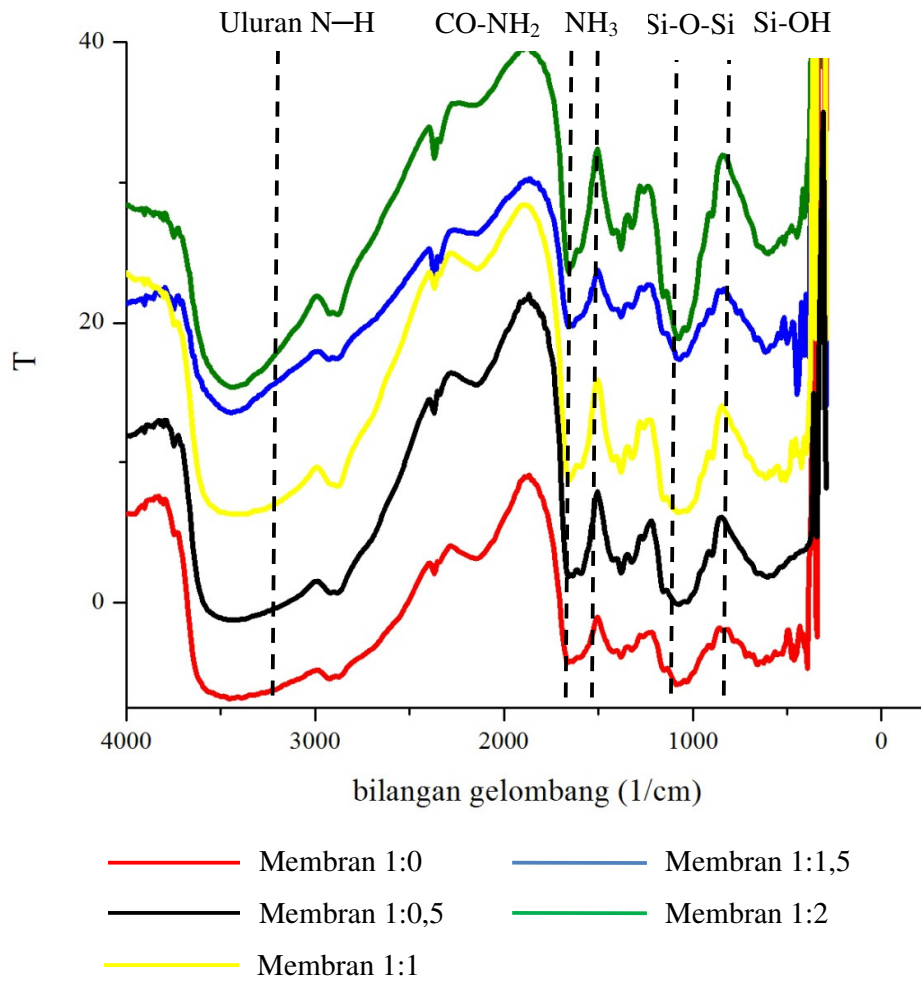


Gambar 4.3. Diagram fluks membran kitosan : silika.

Dari data Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa fluks terbesar adalah membran kitosan-silika 1:2. Hal tersebut dikarenakan membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran dengan konsentrasi silika paling banyak sehingga pori dalam membran ini lebih banyak terbuka ketika dilakukan perendaman dengan akuades. Membran kitosan-silika merupakan membran yang cocok digunakan pada proses filtrasi karena mempunyai pori sehingga didapatkan nilai fluks yang baik (Ruckenstein & Zeng, 1999). Semakin besar fluks membran berarti sebanding dengan semakin banyaknya volume permeat yang dapat melewati membran tersebut.

4.5.3 Karakterisasi Membran Kitosan-Silika dengan FT-IR

Membran kitosan-silika yang telah disintesis kemudian dianalisis gugus fungsinya menggunakan FT-IR. Spektra FT-IR gabungan membran kitosan-silika ditunjukkan dengan Gambar 4.4.



Gambar 4.2. Spektra FT-IR gabungan membran (A) Membran kitosan-silika 1:0; (B) Membran kitosan-silika 1:0,5; (C) Membran kitosan-silika 1:1; (D) Membran kitosan-silika 1:1,5; (E) Membran kitosan-silika 1:2.

Dari spektra FT-IR gabungan membran yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 kemudian dilakukan analisis gugus fungsi pada membran kitosan-silika. Hasil analisis yang diperoleh dari Gambar 4.4 dipaparkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Analisis gugus fungsi membran kitosan-silika

Jenis serapan	Membran 1:0	Membran 1:0,5	Membran 1:1	Membran 1:1,5	Membran 1:2
Si-O-C	-	617,22	655,80	601,79	617,22
Si-OH	-	894,97	894,97	902,69	894,97
Uluran Si-O-Si	-	1072,42	1080,14	1072,42	1072,42
Tekukan C-H	-	1381,03	1381,03	1381,03	1381,03
Tekukan CH ₂	1419,61	1411,89	1419,61	1419,61	-
CO-NH ₂	-	1651,07	1658,78	1658,78	1635,64
Uluran CH	2877,79	2877,79	2877,79	2877,79	2893,22
Uluran OH	3425,58	3379,29	3387,00	3433,29	3402,43
NH ₃ ⁺	1597,06	1597,06	-	-	-

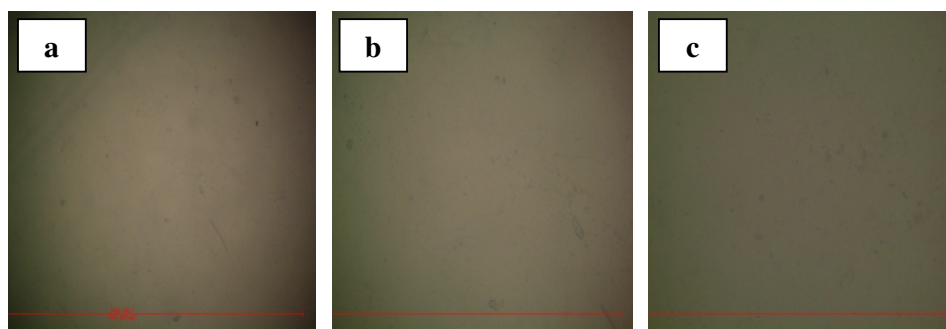
Dari Tabel 4.4 dapat dilihat terdapat beberapa serapan baru dalam membran kitosan-silika yaitu gugus Si—O—Si, Si—OH, uluran Si—O—Si, tekukan C—H, dan tekukan CH₂. Adanya gugus fungsi baru setelah penambahan silika menunjukkan bahwa silika yang ditambahkan telah berinteraksi dengan kitosan. Adanya gugus Si—OH menunjukkan ikatan hidrogen gugus silanol jaringan silika berinteraksi dengan gugus amida ataupun gugus oksida dalam kitosan.

Interaksi silika dengan kitosan juga dapat dilihat dari menurunnya intensitas uluran N—H di daerah 3270-3290 cm⁻¹ yang bertumpang tindih dengan serapan —OH. Hal tersebut disebabkan karena gugus N—H berinteraksi dengan silika yang ditambahkan. Pada membran kitosan-silika 1:0 terdapat serapan NH₃⁺ pada daerah 1597,06 cm⁻¹ dan tidak ditemukan serapan —NH₂. Hal tersebut dikarenakan pada membran kitosan-silika 1:0 belum adanya koagulasi yang mengubah NH₃⁺ menjadi gugus —NH₂ sedangkan pada membran dengan penambahan silika telah melalui proses koagulasi dengan larutan NaOH pada saat pembuatan larutan natrium silikat sebagai sumber silika.

Hasil analisis gugus fungsi membran kitosan-silika menunjukkan bahwa dalam membran kitosan-silika 1:0,5; 1:1; 1:1,5; dan 1:2 terdapat gugus Si—O, gugus Si—OH dan gugus —NH₂. Hasil tersebut menunjukkan bahwa di dalam membran kitosan-silika terjadi interaksi antara kitosan yang mempunyai kerapatan tinggi dengan silika yang ditambahkan sehingga dapat digunakan dalam proses filtrasi untuk dekolonisasi zat warna *Congo Red*.

4.5.4 Morfologi Penampang Membran Kitosan-Silika

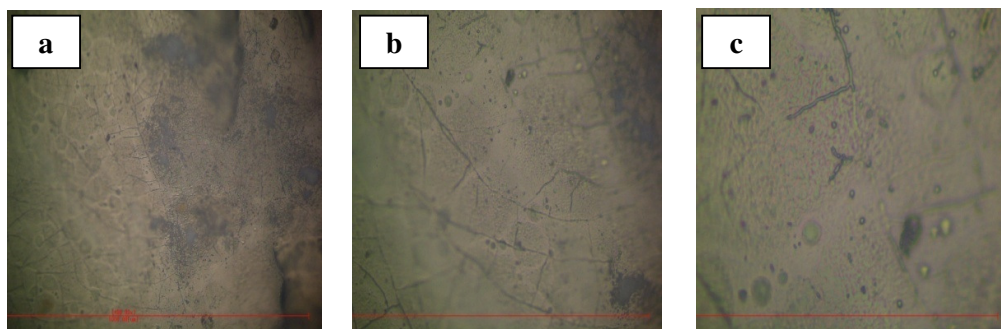
Pengujian morfologi penampang membran kitosan-silika menggunakan alat *CCD Microscope MS-804*. Pengujian dilakukan pada membran kitosan-silika 1:0 dan membran kitosan-silika 1:2 karena membran kitosan-silika 1:0 merupakan membran kitosan yang belum ditambah dengan silika sedangkan membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran yang telah ditambahkan silika dan mempunyai koefisien rejeksi tertinggi daripada membran lain yang telah ditambahkan silika. Hasil analisis disajikan pada Gambar 4.5 dan 4.6



Gambar 4.3. (a) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 400 kali, (b) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 1000 kali, (c) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 2400 kali.

Gambar 4.5 merupakan penampang membran 1:0 dengan berbagai ukuran perbesaran. Gambar 4.5 (a) menunjukkan perbesaran 400 kali. Dari gambar

tersebut terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:0 permukaannya sangat rapat sehingga terlihat tidak terdapat rongga pada permukaannya. Selain itu permukaan membran 1:0 juga halus dan lebih homogen karena belum ditambahkan dengan silika. Gambar 4.5 (b) dan (c) menunjukkan perbesaran 1000 kali dan 2400 kali untuk lebih memperjelas. Dari gambar tersebut lebih terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:0 sangat rapat dan halus.



Gambar 4.6. (a) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 400 kali, (b) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 1000 kali, (c) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 2400 kali.

Gambar 4.6 merupakan penampang membran kitosan-silika 1:2 dengan berbagai ukuran perbesaran. Gambar 4.6 (a) merupakan penampang membran kitosan-silika 1:2 dengan perbesaran 400 kali. Dari gambar tersebut sudah terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:2 mempunyai rongga kecil akibat dari penambahan silika pada membran. Penambahan silika menyebabkan membran kitosan yang sangat rapat menjadi berongga karena muatan negatif dari kitosan yaitu OH^- bereaksi dengan silika sehingga akan menarik dan membentuk rongga-rongga kecil.

Gambar 4.6 (b) dan (c) merupakan membran kitosan-silika 1:2 dengan perbesaran 1000 kali dan 2400 kali. Dari gambar tersebut terlihat jelas terdapat

rengkahan-rengkahan dan rongga kecil pada membran kitosan-silika 1:2. Adanya rongga tampak menyebar dan banyak sehingga keberadaan silika tidak terpusat pada satu tempat. Hal tersebut menyebabkan aplikasi membran kitosan-silika untuk filtrasi lebih maksimal.

4.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimal Zat Warna *Congo Red*

Spektrofotometri UV-Vis adalah metode pengukuran jumlah radiasi ultraviolet tampak yang diserap oleh senyawa sebagai fungsi panjang gelombang radiasi. Cahaya tampak memiliki panjang gelombang 400 hingga 700 nm, sedangkan cahaya ultraviolet memiliki panjang gelombang 190 hingga 400 nm (Sastrohamidjojo, 2007)

Panjang gelombang merupakan jarak linier dari suatu titik pada satu gelombang ke titik yang bersebelahan pada gelombang yang berdekatan. Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis kuantitatif adalah panjang gelombang maksimal. Panjang gelombang maksimal diperoleh dengan cara membuat kurva hubungan absorbansi dengan panjang gelombang dari larutan baku pada konsentrasi tertentu (Gandjar & Rohman, 2008)

Pemilihan panjang gelombang maksimal didasarkan atas beberapa alasan. Pada panjang gelombang maksimal kepekaannya juga maksimal karena perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi adalah yang paling besar. Kurva absorbansi pada panjang gelombang maksimal adalah datar dan pada kondisi tertentu hukum Lambert-Beer akan terpenuhi. Selain itu, apabila dilakukan pengukuran ulang maka kesalahan yang disebabkan oleh pemasangan ulang panjang gelombang akan kecil (Gandjar & Rohman, 2008).

Penentuan panjang gelombang maksimal terhadap zat warna pada penelitian ini dimaksudkan untuk memperoleh pengukuran absorbansi yang maksimal dari zat warna yang diteliti. Pergeseran panjang gelombang akibat dari pH larutan zat warna dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 4.5. Panjang gelombang maksimal zat warna pada berbagai harga pH

pH	Panjang Gelombang Maksimal (nm)
5	499
6	501
7	497
8	499
9	498

Adanya perbedaan panjang gelombang maksimum pada harga pH tertentu disebabkan karena larutan zat warna mengalami perubahan sebagai akibat dari pergeseran warna dalam bentuk ion atau molekulnya (Wardani, 2009). Perubahan warna zat warna meskipun sedikit yang disebabkan pengaruh pH akan berdampak langsung terhadap perubahan panjang gelombang dari zat warna tersebut.

Panjang gelombang pada pH 5 menuju pH 6 dan pH 7 menuju pH 8 mengalami geseran merah atau geseran *batokromat* akibat adanya perubahan struktur pada kromofornya sehingga panjang gelombang akan bergeser menjadi lebih tinggi. Sedangkan panjang gelombang pH 6 menuju pH 7 dan pH 8 menuju pH 9 mengalami geseran biru atau geseran *hipsokromat* yang disebabkan karena adanya penghilangan auksokrom sehingga panjang gelombang akan bergeser menjadi lebih rendah.

4.7 Aplikasi Membran Kitosan-Silika

Membran kitosan-silika yang telah disintesis digunakan untuk filtrasi zat warna *Congo Red* sebagai umpan yang akan dilewatkan pada membran kitosan-silika. Larutan yang telah melewati membran disebut larutan permeat. Larutan permeat hasil filtrasi tersebut selanjutnya akan dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

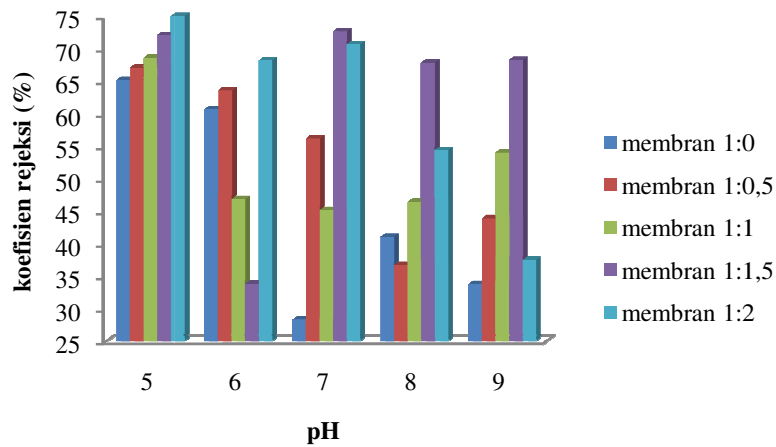
4.7.1 Optimasi pH Larutan Zat Warna *Congo Red* terhadap Filtrasi Membran Kitosan-Silika

Optimasi pH terhadap filtrasi membran kitosan-silika bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum membran dalam berbagai harga pH pada saat proses filtrasi zat warna *Congo Red*. Pada Tabel 4.6. disajikan pengaruh pH terhadap filtrasi zat warna *Congo Red* oleh membran kitosan-silika.

Tabel 4.6. Hasil analisis koefisien rejeksi membran kitosan-silika dalam berbagai harga pH

pH	R (%)				
	Membran 1:0	Membran 1:0,5	Membran 1:1	Membran 1:1,5	Membran 1:2
5	65,13 %	67,05 %	68,59 %	72,05 %	75,00 %
6	60,66 %	63,55 %	46,84 %	33,82 %	68,16 %
7	28,29 %	56,18 %	45,13 %	72,63 %	70,66 %
8	41,03 %	36,67 %	46,41 %	67,82 %	54,36 %
9	33,25 %	43,88 %	54,00 %	68,25 %	37,50 %

Dari Tabel 4.6. Dapat dilihat diagram analisis koefisien rejeksi pada berbagai variasi pH dan variasi membran pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7. Analisis koefisien rejeksi pada berbagai variasi membran dan berbagai harga pH

Pada pH di bawah 3,00 zat warna *Congo Red* akan berubah warna menjadi biru sedangkan pada pH sama dengan atau lebih dari 5,00 zat warna *Congo Red* akan berwarna merah. *Congo Red* memiliki kecenderungan untuk membentuk agregat dalam larutan air dan organik. Mekanisme yang terjadi menunjukkan interaksi hidrofobik antara cincin aromatik dari molekul pewarna. Fenomena agregasi yang lebih menonjol terjadi pada konsentrasi tinggi zat warna *Congo Red*, pada salinitas tinggi dan pH rendah. Data yang diperoleh dari hasil optimum filtrasi zat warna *Congo Red* oleh membran kitosan-silika adalah pada pH 5 membran kitosan-silika 1:2 dengan persen rejeksi optimum yaitu 75%. Hal tersebut terjadi karena adanya interaksi hidrofobik cincin aromatik dari molekul pewarna yang lebih optimum pada pH asam yaitu pH 5. Pada kondisi asam dengan penambahan H^+ mengakibatkan zat warna *Congo Red* cenderung bermuatan parsial positif, yang akan mengakibatkan terjadinya tarikan elektrostatik antara zat warna *Congo Red* dengan permukaan membran kitosan-

silika bermuatan parsial negatif sehingga dekolorisasi zat warna *Congo Red* lebih optimal.

Selain itu dari data *swelling* dan fluks membran kitosan-silika diperoleh bahwa membran 1:2 merupakan membran terbaik. Hal tersebut dibuktikan dengan *swelling* membran 1:2 mempunyai nilai derajat *swelling* tinggi. Semakin besar daya serap membran terhadap air maka untuk proses filtrasi akan lebih maksimal. Sedangkan fluks membran kitosan-silika 1:2 merupakan yang terbaik. Nilai fluks yang besar berarti semakin banyak spesi yang dapat melewati luas membran dalam satu satuan waktu.

4.7.2 Proses Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red* pada pH Optimum

Hasil aplikasi membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red* didapatkan dari kurva kalibrasi yang digunakan dalam menentukan persamaan garis lurus untuk konsentrasi zat warna *Congo Red*. Proses dekolorisasi larutan zat warna *Congo Red* terjadi secara optimal pada pH 5. Pada penyerapan spektrum UV-Vis, karakteristik puncak zat warna *Congo Red* sekitar 499 nm dalam larutan air, pada konsentrasi rendah pewarna. Pada kondisi ini agregasi pewarna cenderung mengikat warna merah dan menggeser spektrum absorpsi.

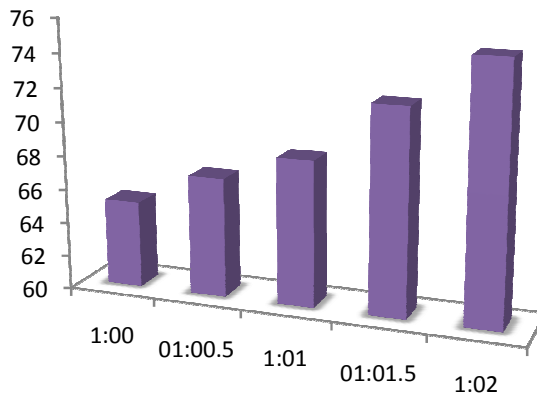
Persamaan garis regresi yang didapatkan dari kurva kalibrasi yaitu $y = 0,039x - 0,015$. Persamaan garis yang telah didapatkan tersebut digunakan untuk menghitung konsentrasi zat warna *Congo Red* setelah proses dekolorisasi. Data konsentrasi setelah dekolorisasi kemudian digunakan dalam perhitungan koefisien

rejeksi membran. Hasil filtrasi zat warna *Congo Red* pada pH 5 disajikan dalam Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Hasil filtrasi zat warna *Congo Red* pada pH 5

No	Variasi membran kitosan-silika	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi akhir (mg/L)	R (%)
1.	1 : 0	20	6,97	65,13
2.	1 : 0,5	20	6,59	67,05
3.	1 : 1	20	6,28	68,59
4.	1 : 1,5	20	5,59	72,05
5.	1 : 2	20	5,00	75,00

Dari tabel 4.7. dapat dilihat diagram kenaikan koefisien rejeksi membran kitosan : silika pH optimal pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Kenaikan koefisien rejeksi membrane kitosan : silika pada pH 5

Dari Gambar 4.8 dapat dilihat bahwa koefisien rejeksi semakin naik dengan penambahan silika ke dalam membran yang semakin banyak pula. Membran dengan koefisien rejeksi terbesar yaitu membran kitosan-silika 1:2 karena konsentrasi silika yang ditambahkan paling banyak dalam membran tersebut sehingga memungkinkan terjadi interaksi lebih antara zat warna *Congo Red* dengan membran kitosan-silika.

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. *Congo Red* mempunyai struktur di-azo dengan rantai panjang. Zat warna yang berkromofor azo ini yang paling banyak adalah zat warna reaktif. Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil, yaitu sekitar 60 % - 70 % (Waite, 2006). Senyawa azo memiliki struktur umum $R-N=N-R'$. Senyawa ini memiliki gugus $-N=N-$ yang dinamakan struktur azo. Senyawa azo dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik. Senyawa azo aromatik bersifat stabil dan mempunyai warna menyala.

Proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* oleh membran kitosan-silika dilakukan dengan cara filtrasi. Permukaan membran kitosan-silika memiliki pori sedangkan zat warna *Congo Red* mempunyai ukuran molekul yang besar sehingga memungkinkan molekul zat warna tersebut tertahan di permukaan membran sehingga konsentrasi zat warna akan berkurang setelah melewati membran. Selain itu terjadi interaksi antara gugus aktif dalam zat warna *Congo Red* dengan gugus $-OH$ dari membran kitosan-silika. Zat warna reaktif mengandung gugus klorida yang reaktif, yang dapat bereaksi dengan gugus $-OH$ dari membran kitosan-silika sehingga terjadi reaksi pertukaran antara gugus $-OH$ dengan gugus reaktif dari zat warna tersebut. Zat warna *Congo Red* memiliki gugus $-N=N-$ yang nantinya akan terjadi ikatan hidrogen antara atom Nitrogen didalam zat warna *Congo Red* dengan atom Hidrogen dari gugus $-OH$ dalam membran kitosan-silika (Suwarsa, 1998).

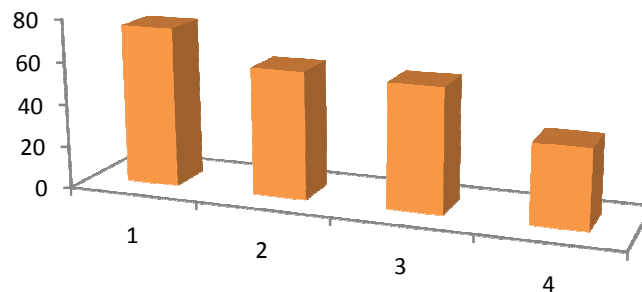
4.7.3 Proses Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red* Secara Berulang

Pengulangan proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* adalah untuk mengetahui ketahanan dan efektivitas membran kitosan-silika setelah digunakan untuk aplikasi. Pengulangan proses dekolorisasi dilakukan pada membran yang optimal yaitu membran kitosan-silika 1:2 pada pH 5. Pengulangan dilakukan sampai membran kitosan-silika mengalami penurunan kinerja secara efektif. Penurunan kinerja membran kitosan silika disajikan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8. Kinerja membran kitosan : silika 1:2 pH 5 secara berulang

Pemakaian ke-	R (%)
1	75,00
2	59,74
3	58,08
4	37,05

Dari Tabel 4.8 dapat dibuat grafik penurunan kinerja membran seperti pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Grafik penurunan kinerja membran kitosan : silika 1:2 pH 5

Dari Gambar 4.9 menunjukkan membran kitosan-silika dapat digunakan untuk 4 kali pemakaian karena setelah pemakaian keempat terjadi penurunan

koefisien rejeksi secara signifikan sehingga untuk pemakaian selanjutnya kurang maksimal. Hal tersebut terjadi karena pori dari membran kitosan-silika mengalami *fouling* akibat adanya molekul-molekul yang terakumulasi pada permukaan membran dan menempati pori-pori membran dan terjebak di dalamnya.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Abu sekam padi merupakan salah satu sumber silika dengan kadar silika sebesar 69,51%. Pengaruh penambahan silika pada membran kitosan-silika adalah sebagai porogen yang dapat memberikan pori pada membran kitosan sehingga mempengaruhi karakteristik membran meliputi hasil *swelling*, fluks, karakterisasi gugus fungsi, dan morfologi penampang membran.
2. Permselektivitas membran untuk proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* melalui filtrasi membran kitosan-silika dihitung dari nilai rejeksinya dan diperoleh rejeksi optimal sebesar 75% dengan kondisi optimum pH zat warna *Congo Red* pada pH 5.
3. Kinerja membran kitosan-silika secara berulang mengalami penurunan setelah pemakaian keempat kali karena terjadi *fouling* sehingga rejeksi membran mengalami penurunan menjadi 37,05%.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, penulis dapat memberikan saran sebagai berikut:

1. Perlu dilakukannya modifikasi alat filtrasi membran menjadi model *cross flow* sehingga didapatkan hasil yang lebih maksimal.
2. Perlu dilakukan uji lain karakteristik membran untuk memperlengkap kajian mengenai karakteristik membran kitosan-silika dalam proses filtrasi untuk mendekolorisasi zat warna *Congo Red*.
3. Perlu dilakukan variasi lain dalam mencari keadaan optimum dari membran kitosan-silika untuk dekolorisasi zat warna *Congo Red*.

DAFTAR PUSTAKA

- Alex. 2005. Kinetika Adsorpsi Logam Zn (II) dan Cd (II) Pada Bahan Hibrida Merkupto-Silika dari Abu Sekam Padi. *Skripsi*. FMIPA UGM : Yogyakarta.
- Abdullah, M & Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial*. Bandung : CV. Rezeki Putera.
- Aji, S.B., Asnawi, Fitriani, Sulaningtyas, & Linda. 2009. *Spektroskopi Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction/XRD)*. Diktat Kimia Fisika. UNS : Surakarta.
- Aryanto, A.Y. 2002. Pemanfaatan Kitosan dari Limbah Kulit Udang (*crustacea*) sebagai Bahan untuk Pembuatan Membran. *Skripsi*. Bogor: Departemen Teknologi Industri Pertanian IPB.
- Berghuis, N., T. 2008. *Sintesis Membran Kitosan-Tetraortosilikat (TEOS) sebagai Membran Fuel Cell pada Suhu Tinggi*. Bandung : ITB.
- Choi, S., & Seung, L., 2003. Silika Nanofibers from Gel Method and Its Activity Toward Polymers. *Materials Science*, Vol.21, No.4.
- Cregg, J., Sherri, L., Wiseman, B., Nicole, M., Pietrzak-Goetze, B., Martyn, R., David, B., Jaroch, M., Daniel, C., Ryan, J., & Gilbert. 2009. A Rapid, Quantitive Method for Assesing Axonal Extension on Biomaterial Platforms, *Tissue Engineering*, 15:00.
- Firdaus, Y. 2011. Dekolorisasi Zat Warna *Remazol Brilliant Blue* Menggunakan Membran Padat Silika. *Skripsi*. Jurusan Kimia Unnes : Semarang.
- Gandjar, I.B & Rohman, A. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar : Yogyakarta.
- Gupta, V.K., Mittal, A., Krishnan, I., & Gajbe, V. 2004. Adsorption Kinetics and Column Operations for The Removal and Recovery of Malachite Green from Wastewater Using Bottom Ash. *Separation and Purification Technology* : Inpress.
- Handayani, E. 2009. Sintesis Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan Sebagai Matriks Biopolimer. *Tesis*. Institut Pertanian Bogor : Bogor.

- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Silika Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol.3. No.2 : 98-103.
- Huang, K., S., Jeng, S., C., Fun, E., L., & Shyh, J., L. 2009. Preparation and Properties of PPA-Chitosan/SiO₂ Hybrid Materials. Taiwan : *Kun San University* : 1-20
- Hendayana, S., A. Kadarohman, A., A., & Sumarna, A., S. 1994. *Kimia analitik instrumen*. Semarang : IKIP Semarang Press.
- Heryanto, S., A. 2012. *Modifikasi Membran Kitosan-Silika Cu Sebagai Filter dan Adsorben Urea*. Bandung : Universitas Pendidikan Indonesia
- Islam, M., N., & Ani, F., N. 2000. Techno-Economics Of Rice Husk Pyrolysis Conversion With Catalytic Treatment To Produce liquid Fuel. *Bioresource Technology* : 67-75.
- Jin , J., Song, M., & Hourston D., J. 2004. Novel Chitosan Based Film Cross Linking by Genepin With Improved Physical Properties. *Biomacromol* 5 : 165-168.
- Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Husk Ash. *Bioresource Technology*. 73 : 257-262
- Khopkar, S., M. 1984. *Konsep Dasar kimia Analitik* (terjemahan). Bombay : Analytical Laboratory Department of Chemistry Indian institute of Technology. Bombay, hal. 204-243.
- Kim, Y., S. 2001. Preparation of Microporous Silica Membranes for Gas Separation. *Korean Journal Chem. Eng* . 18 (1), 106-112
- Koneman. 1994. *Webster's New Encyclopedia Dictionary*. US Of America : Simon and Schuster.
- Lin, E.,Y. 2007. Study of the Mobility of Silver Ions in Chitosan Membranes. *Thesis*. Canada : University of Waterloo.
- Liu, J., Xin, C., Zhengzhong, S., & Ping, Z. 2003. Preparation and Characterization of Chitosan/Cu (II) Afinity Membrane for Urea Adsorption. *Inc.j Appl Polym Sci*, 90 : 1108-1112

- Mahmoud, A.S. 2007. Influence of temperature and pH On The Stability and Colorimetric Measurement Of Textile Dyes. *American Journal of Biotechnology and Biochemistr.* Vol.3 : 33-41.
- Mallack, H., M & Anderson, G., K. 1997. Cross Flow Micro Filtration with Dynamic Membrans. Elseveir Science Ltd : 31.
- Manskarya, S. M., & Droidsora, T. V. 1968. *Geochemistry of Organic Substance*, Moscow : A.V.USSR.
- Mujiyanti, D., R. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasidengan 3-(Trimetoksil)-1-Propanol. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, Vol.4 No. 2. Hal. 150-167.
- Mulder, M. 1996. *Basic Prinsiple of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publisher : Netherland.
- Namansivayam, C., Muniasamy, N., Gayatri, K., Rani M., & Ranganathan, K. 1996. Removal Dyes From Aqueous Solution by Celulosic Waste Orange Peel. *Bioresource Technology* 57, hal 37-43.
- Nur, H. 2001. Direct Synthesis of NaA Zeolite from Rice Husk and Carbonaceous Rice Husk Ash. *Indonesian Journal of Agricultural Sciences*. Green Digital Press.
- Nurwahyudi, R. 2006. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara dengan Alkali Hidrotermal dan Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Fe(II) dan Zn(II) dalam Air. *Tugas Akhir II*. UNNES : Semarang.
- Nuryono. 2004. Effect of NaOH Concentration On Destruction of Rice Husk Ash with Wet Technique, *Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004, FMIPA Undip*, Semarang
- Ridwan, I., R. 2011. Pembuatan Membran Komposit dari Kitin-Sekam Padi untuk Proses Pervaporasi. *Jurnal Fluida* vol. VII, No.1 : 12-17.
- Ruckenstein & Zang, K. 1999. Control of Pore Generation and Pore Size in Nanoparticles of Poly(Styrene-Methyl Methacrylate-Acrylic Acid). *J.of Apply. Polimer Sci.* 72
- Saptowati. 2000. Pembuatan Pupuk Organik dari Sekam Padi. Laporan Penelitian .Jurusan teknik kimia. UNDIP : Semarang.

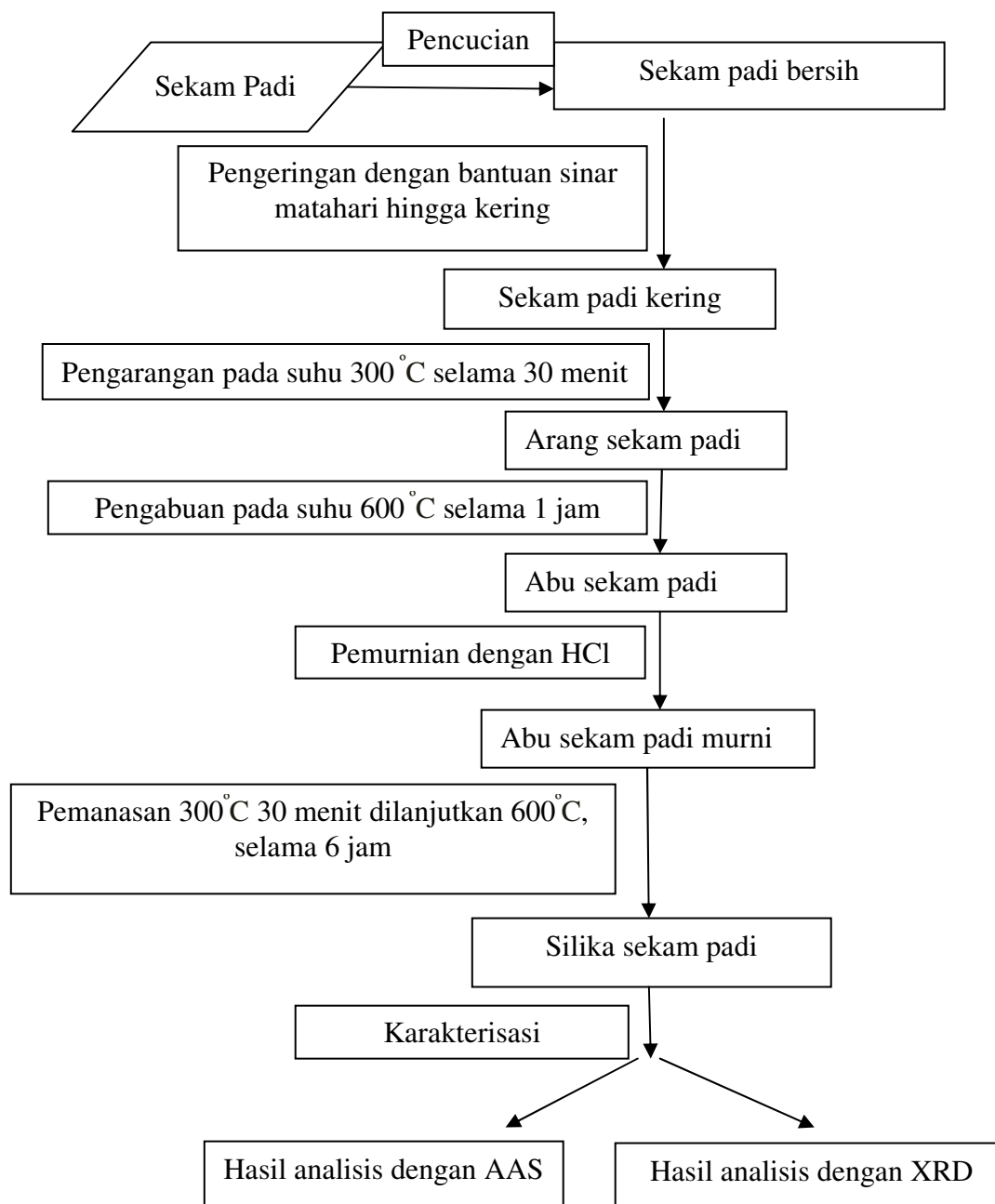
- Sartika, A. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Kitosan-Lumpur Lapindo. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Infra Merah*. Yogyakarta : Liberty.
- Soenardjo, E. 1991. *Padi Buku 3*. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian: Bogor.
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono, dan Narsito. 2005. *Sintesis Bahan hibrida Amonia-Silika Dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol Gel*. FMIPA UGM : Yogyakarta.
- Sugita, P. 2009. *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor : IPB Press.
- Sugiyarto, K.H. 1996. *Kimia Anorganik Dasar*. Yogyakarta : UGM Press.
- Suwarsa, S. 1998. Penyerapan Zat Warna Tekstil BR Red HE 7B Oleh Jerami Padi. *JMS*. Vol.3 No.1 : 32-40. Jurusan Kimia ITB : Bandung.
- Underwood, A dan Day, R. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif* (Diterjemahkan oleh R. Soendoro). Jakarta.
- Waite, T., D. 2006. *Toxic Organic Destruction by Electron Beam Irradiation : an innovative Technology for Developing Countries*. University of Miami. Coral Gables : Florida.
- Wang, H., Fang, Y., & Yan, Y. 2001. Surface Modifications of Chitosan Membranes By Alkalene Vapor Plasma. *J Mol Catal A : Chem* 11 : 911-918.
- Wardani, H.W. 2009. Adsorpsi Zat Warna Tekstil *Erichrome Black T* dengan Menggunakan Serbuk Biji Kelor. *Thesis*. UNNES : Semarang.
- Widjanarko, P., I., Widianoro, Felyeia, L., Soetardjo, & Ismadji, S. 2006. Kinetika Adsorpsi Zat Warna Congo Red dan Rhodamine B Menggunakan Serabut kelapa dan Ampas Tebu. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia* Vol.5 No.3 : 461-468. Jurusan Teknik Kimia Universitas Katolik Widya Mandala : Surabaya.
- Yunianti, S., Maharani, D.K. 2012. Pemanfaatan Membran kitosan Silika Untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Pb(II) dalam Larutan. *Journal of Chemistry* 5 Vol.1.No.1. Jurusan Kimia UNESA : Surabaya.

Zulfikar, M., A. & Mohammad A., B. 2006. Sintesis and Characterization of Poly (Methyl Methacrylate)/SiO₂ Hybrid Membranes : Effect of silika Content on Membrane Structure. *Jurnal Matematika Sains*. Bandung : ITB.

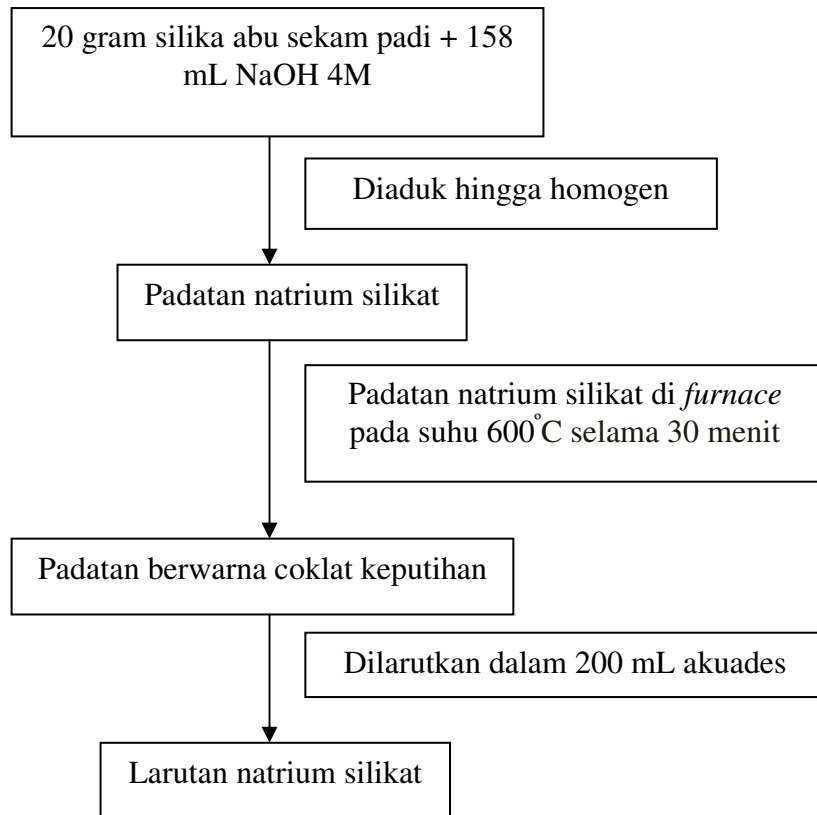
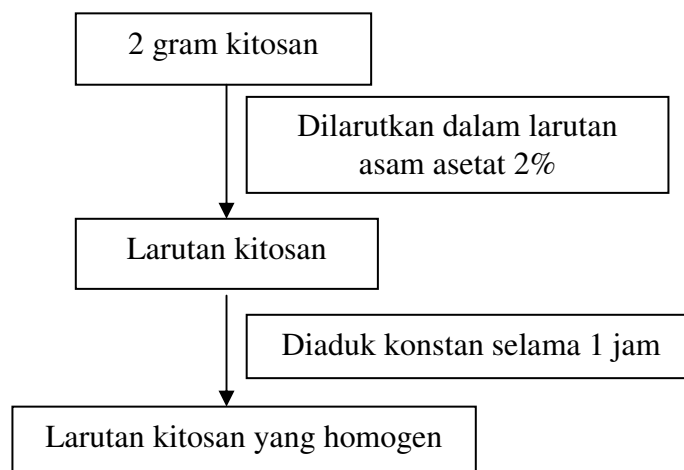
http://en.wikipedia.org/wiki/Digital_microscope Diunduh pada 30 Juli 2013 pukul 09.18 WIB.

Lampiran 1. Diagram Alir Prosedur Penelitian

a. Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi



b. Sintesis Membran Kitosan-silika

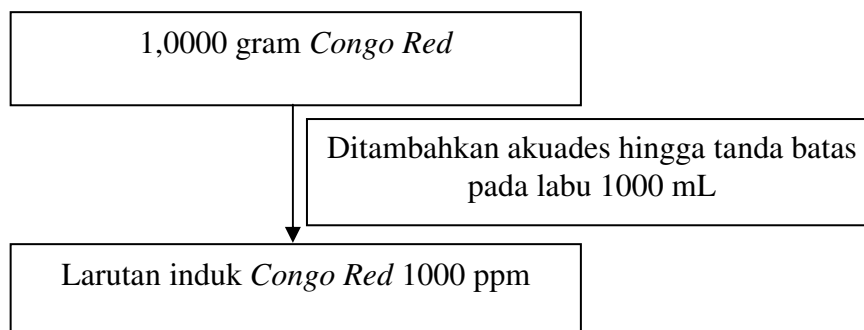
Tahap I*Tahap II*

b. Pembuatan Membran Kitosan-silika

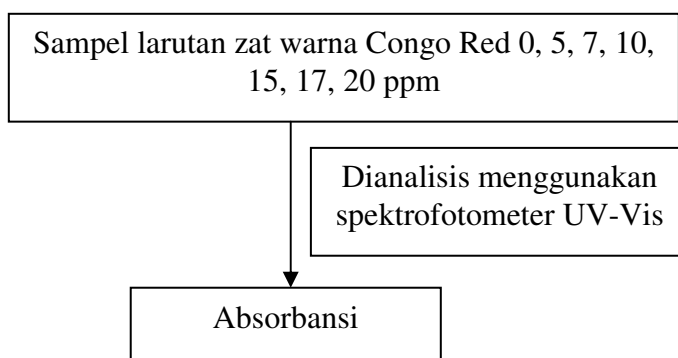


Variasi perbandingan volume kitosan : larutan natrium silikat yaitu 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2.

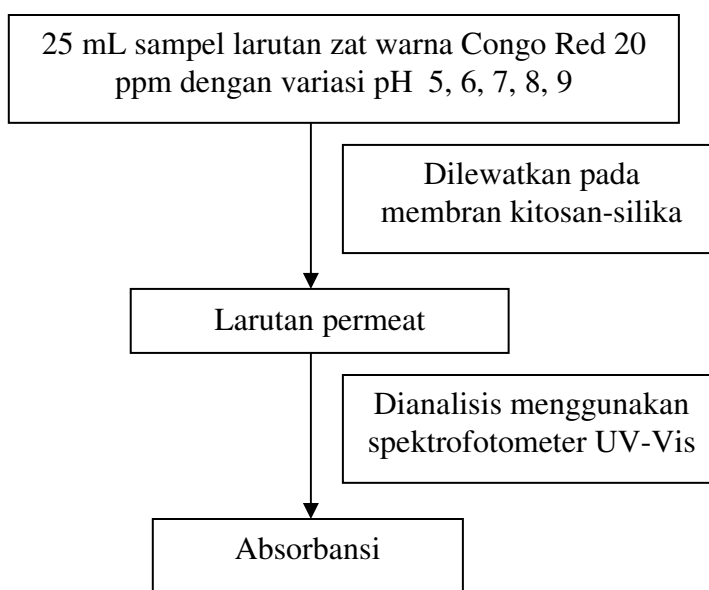
c. Pembuatan Larutan Induk Zat warna Congo Red

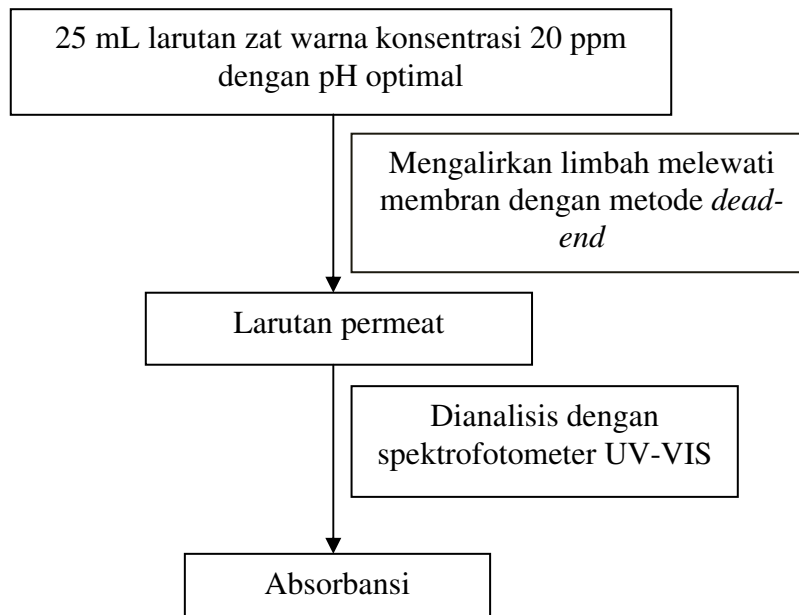


d. Pembuatan kurva Kalibrasi

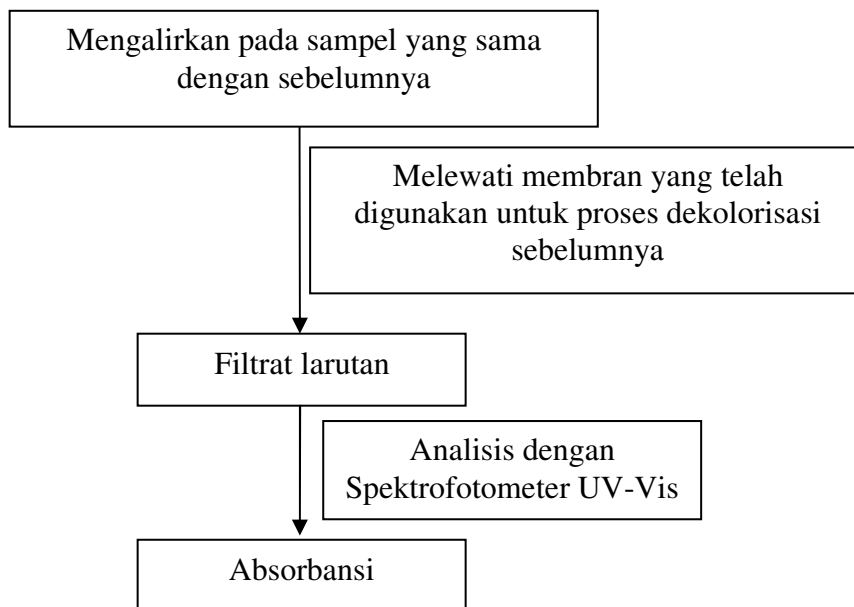


e. Optimasi pH Membran Kitosan-Silika Untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red*



f. Permselectivitas Membran Pada Proses Dekolorisasi Zat Warna *Congo Red*

g. Penentuan Kinerja Membran Setelah Digunakan secara Berulang



Lampiran 2. Hasil AAS



LABORATORIUM KIMIA ANALITIK
 JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
 UNIVERSITAS GADJAH MADA

HASIL ANALISIS

No. : 1108/HA K/02/13
 Pengirim : TANIA PRAMESWARI
 Alamat : UNNES Semarang
 Jenis Sampel : Cair (Larutan)
 Jumlah sampel : 1 bh
 Penentuan : Kadar Si
 Tgl. Analisis : 03 Februari 2013

NO	KODE SAMPEL	PARA METER	HASIL PENGUKURAN (%)			METODE
			I	II	III	
1.	Lart. Na Silika	Si	3,1426	3,1127	3,1725	Atomic Absorption Spect.
2.		SiO ₂	6,7220	6,6581	6,7860	*

Lampiran 3. Data dan Perhitungan Kadar SiO₂ dalam Na₂SiO₃

Dari data didapatkan persamaan $y = ax + b$

$$y = 0,00386x + 0,00167$$

$$a) \quad 0,109 = 0,00386x + 0,00167$$

$$0,10733 = 0,00386x$$

$$x = 27,8057 \text{ ppm}$$

$$b) \quad 0,108 = 0,00386x + 0,00167$$

$$0,10633 = 0,00386x$$

$$x = 27,5446 \text{ ppm}$$

$$c) \quad 0,110 = 0,00386x + 0,00167$$

$$0,10833 = 0,00386x$$

$$x = 28,0648 \text{ ppm}$$

$$\text{Rata-rata} = \frac{27,8057 + 27,5446 + 28,0648}{3}$$

$$= 27,80857 \text{ ppm (SiO}_2 \text{ dalam Na}_2\text{SiO}_3\text{)}$$

Faktor pengenceran = 100 kali (5 mL dalam 500 mL)

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= 27,80857 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 100$$

$$= 13902,8445 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= \frac{13902,8445 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{0,2 \text{ L}}$$

$$= 13902,8445 \text{ mg}$$

$$= 13,9028 \text{ gram}$$

$$\text{kadar} = \frac{13,9028 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 69,51 \%$$

Lampiran 4. Data dan Perhitungan Swelling dan Fluks Membran

A. Swelling Membran

1) Membran 1: 0

$$\text{Massa awal membran} = 0,1336 \text{ gr}$$

$$\text{Massa akhir membran} = 0,2072 \text{ gr}$$

$$\% \text{ swelling} = \frac{0,2072 - 0,1336}{0,1336} \times 100\%$$

$$= 55,0898 \%$$

2) Membran 1: 0,5

Massa awal membran = 0,1328 gr

Massa akhir membran = 0,2099 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ swelling} &= \frac{0,2099 - 0,1328}{0,1328} \times 100\% \\ &= 58,0572 \% \end{aligned}$$

3) Membran 1: 1

Massa awal membran = 0,1909 gr

Massa akhir membran = 0,3009 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ swelling} &= \frac{0,3009 - 0,1909}{0,1909} \times 100\% \\ &= 57,6218 \% \end{aligned}$$

4) Membran 1: 1,5

Massa awal membran = 0,1698 gr

Massa akhir membran = 0,2720 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ swelling} &= \frac{0,2720 - 0,1698}{0,1698} \times 100\% \\ &= 60,1884 \% \end{aligned}$$

5) Membran 1: 2

Massa awal membran = 0,1229 gr

Massa akhir membran = 0,1965 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ swelling} &= \frac{0,1965 - 0,1229}{0,1229} \times 100\% \\ &= 59,8861 \% \end{aligned}$$

B. Fluks membran

Volume permeat = 25 mL = 0,025 L

Diameter membran = 4 cm = 0,04 m

$$\begin{aligned} \text{Luas permukaan membran} &= \pi r^2 \\ &= 3,14 (0,02)^2 \\ &= 1,256 \times 10^{-3} \text{ m}^2 \end{aligned}$$

1) Membran 1: 0

$$\begin{aligned} J &= \frac{V}{A \times t} \\ &= 0,025 / (1,256 \times 10^{-3} \times 0,6673) \\ &= 29,8284 \text{ L/m}^2 \text{ jam} \end{aligned}$$

2) Membran 1: 0,5

$$\begin{aligned} J &= \frac{V}{A \times t} \\ &= 0,025 / (1,256 \times 10^{-3} \times 0,5932) \\ &= 33,5544 \text{ L/m}^2 \text{ jam} \end{aligned}$$

3) Membran 1: 1

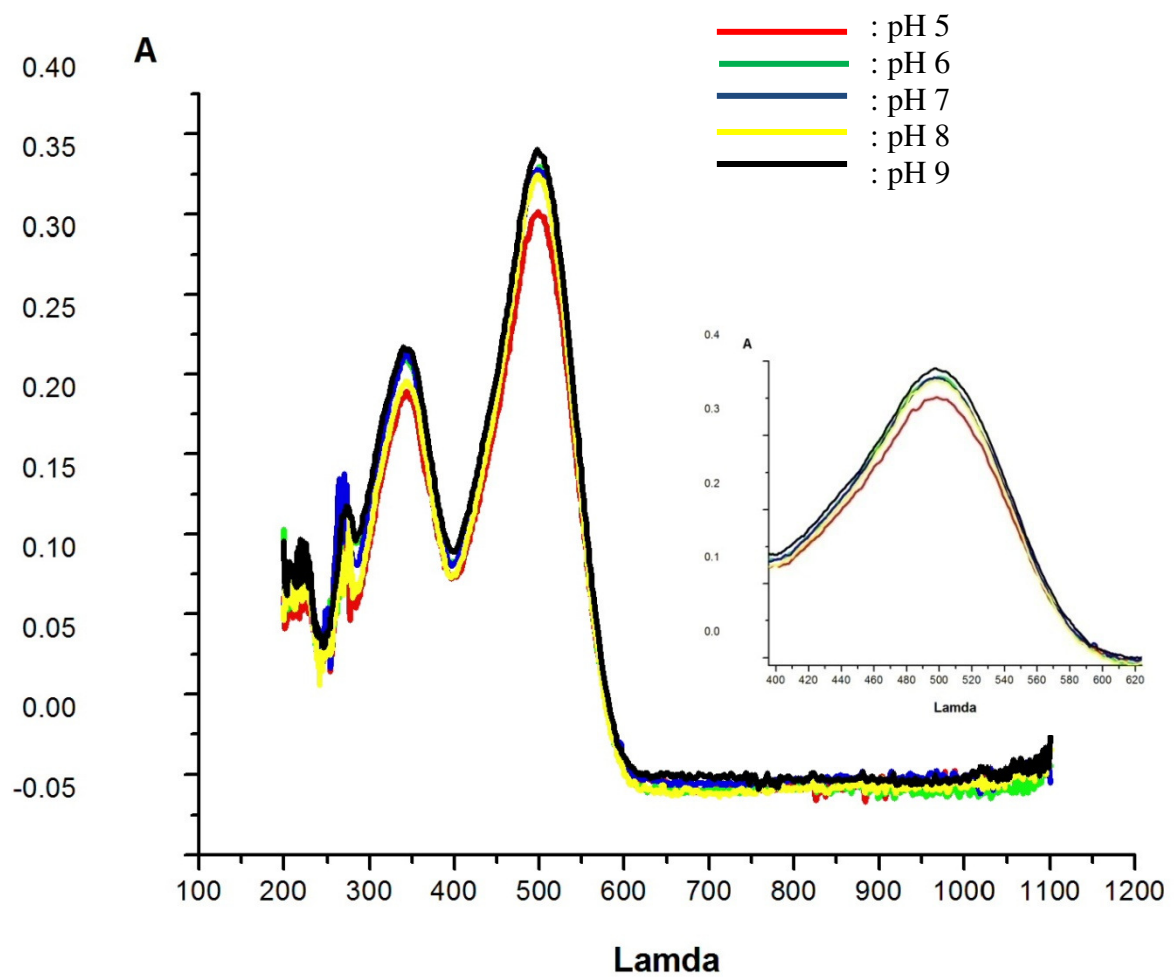
$$\begin{aligned} J &= \frac{V}{A \times t} \\ &= 0,025 / (1,256 \times 10^{-3} \times 0,5389) \\ &= 36,9079 \text{ L/m}^2 \text{ jam} \end{aligned}$$

4) Membran 1: 1,5

$$\begin{aligned} J &= \frac{V}{A \times t} \\ &= 0,025 / (1,256 \times 10^{-3} \times 0,2906) \\ &= 68,8231 \text{ L/m}^2 \text{ jam} \end{aligned}$$

5) Membran 1: 2

$$\begin{aligned} J &= \frac{V}{A \times t} \\ &= 0,025 / (1,256 \times 10^{-3} \times 0,257) \\ &= 77,8210 \text{ L/m}^2 \text{ jam} \end{aligned}$$

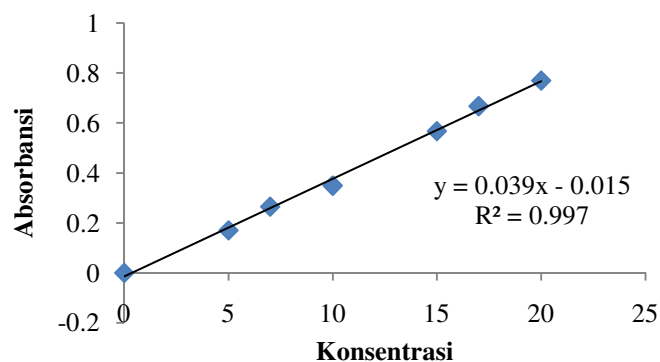
Lampiran 5. Grafik Penentuan Panjang Gelombang Maksimal Congo Red

Lampiran 6. Perhitungan Rejeksi Membran saat Aplikasi

A. pH 5

λ maks = 499 nm

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	5	0,17
3.	7	0,265
4.	10	0,349
5.	15	0,567
6.	17	0,667
7.	20	0,769



1) Membran 1:2

Absorbansi = 0,180

$$y = 0,039x - 0,015$$

$$0,180 = 0,039x - 0,015$$

$$0,195 = 0,039x$$

$$x = 5,0000 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{5}{20}\right) \times 100 \% \\ &= 75,0000 \% \end{aligned}$$

2) Membran 1:1,5

Absorbansi = 0,203

$$y = 0,039x - 0,015$$

$$0,203 = 0,039x - 0,015$$

$$0,218 = 0,039x$$

$$\begin{aligned}
 x &= 5,5897 \text{ ppm} \\
 \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{5,5897}{20} \right) \times 100 \% \\
 &= 72,0513 \%
 \end{aligned}$$

3) Membran 1:1

$$\begin{aligned}
 \text{Absorbansi} &= 0,230 \\
 y &= 0,039x - 0,015 \\
 0,230 &= 0,039x - 0,015 \\
 0,245 &= 0,039x \\
 x &= 6,2821 \text{ ppm} \\
 \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{6,2821}{20} \right) \times 100 \% \\
 &= 68,5897 \%
 \end{aligned}$$

4) Membran 1:0,5

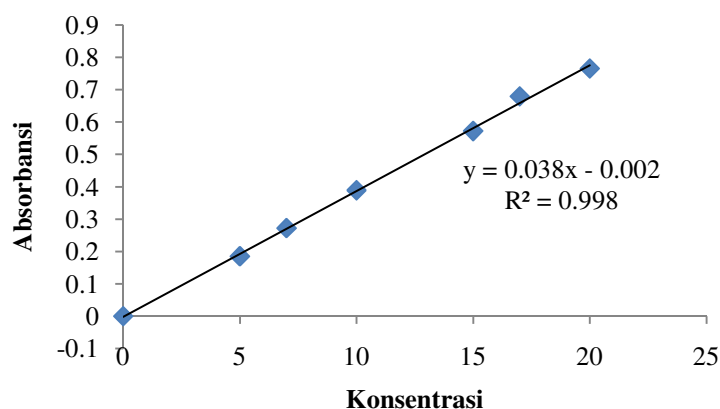
$$\begin{aligned}
 \text{Absorbansi} &= 0,242 \\
 y &= 0,039x - 0,015 \\
 0,242 &= 0,039x - 0,015 \\
 0,257 &= 0,039x \\
 x &= 6,5897 \text{ ppm} \\
 \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{6,5897}{20} \right) \times 100 \% \\
 &= 67,0513 \%
 \end{aligned}$$

5) Membran 1:0

$$\begin{aligned}
 \text{Absorbansi} &= 0,257 \\
 y &= 0,039x - 0,015 \\
 0,257 &= 0,039x - 0,015 \\
 0,272 &= 0,039x \\
 x &= 6,9744 \text{ ppm} \\
 \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{6,9744}{20} \right) \times 100 \% \\
 &= 65,1282 \%
 \end{aligned}$$

B. pH 6 λ maks = 499 nm

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	5	0,185
3.	7	0,272
4.	10	0,389
5.	15	0,572
6.	17	0,679
7.	20	0,765



1) Membran 1:2

Absorbansi = 0,240

$$y = 0,038x - 0,002$$

$$0,240 = 0,038x - 0,002$$

$$0,242 = 0,038x$$

$$x = 6,3684 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{6,3684}{20} \right) \times 100 \% \\ &= 68,1579 \% \end{aligned}$$

2) Membran 1:1,5

Absorbansi = 0,505

$$y = 0,038x - 0,002$$

$$0,505 = 0,038x - 0,002$$

$$0,503 = 0,038x$$

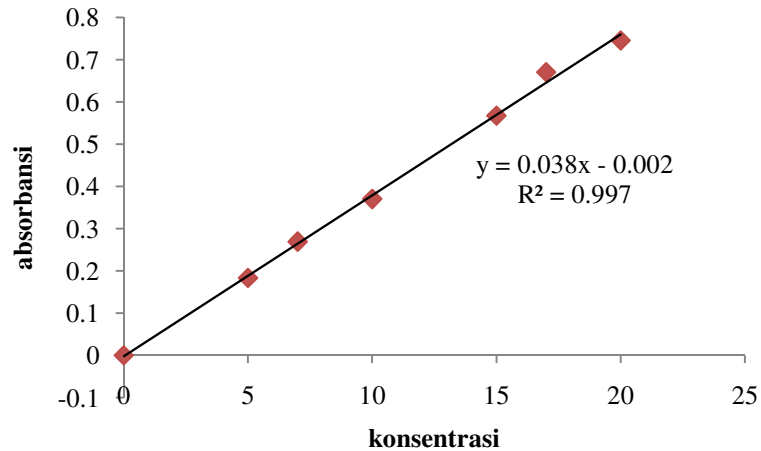
$$x = 13,2368 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{13,2368}{20} \right) \times 100 \% \\ &= 33,8158 \% \end{aligned}$$

- 3) Membran 1:1
 Absorbansi = 0,402
 $y = 0,038x - 0,002$
 $0,402 = 0,038x - 0,002$
 $0,404 = 0,038x$
 $x = 10,6316 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{10,6316}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 46,8421 \%$
- 4) Membran 1:0,5
 Absorbansi = 0,275
 $y = 0,038x - 0,002$
 $0,275 = 0,038x - 0,002$
 $0,277 = 0,038x$
 $x = 7,2895 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{7,2895}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 63,5526 \%$
- 5) Membran 1:0
 Absorbansi = 0,297
 $y = 0,038x - 0,002$
 $0,297 = 0,038x - 0,002$
 $0,299 = 0,038x$
 $x = 7,8684 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{7,8684}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 60,6579 \%$

C. pH 7

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	5	0,183
3.	7	0,269
4.	10	0,37
5.	15	0,567
6.	17	0,67
7.	20	0,745



Me

1) Membran 1:2

$$\text{Absorbansi} = 0,221$$

$$y = 0,038x - 0,002$$

$$0,221 = 0,038x - 0,002$$

$$0,223 = 0,038x$$

$$x = 5,8684 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{5,8684}{20} \right) \times 100 \% \\ &= 70,6579 \% \end{aligned}$$

2) Membran 1:1,5

$$\text{Absorbansi} = 0,206$$

$$y = 0,038x - 0,002$$

$$0,206 = 0,038x - 0,002$$

$$0,208 = 0,038x$$

$$x = 5,4737 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{5,4737}{20} \right) \times 100 \% \\ &= 72,6316 \% \end{aligned}$$

3) Membran 1:1

$$\text{Absorbansi} = 0,415$$

$$y = 0,038x - 0,002$$

$$0,415 = 0,038x - 0,002$$

$$0,417 = 0,038x$$

$$x = 10,9737 \text{ ppm}$$

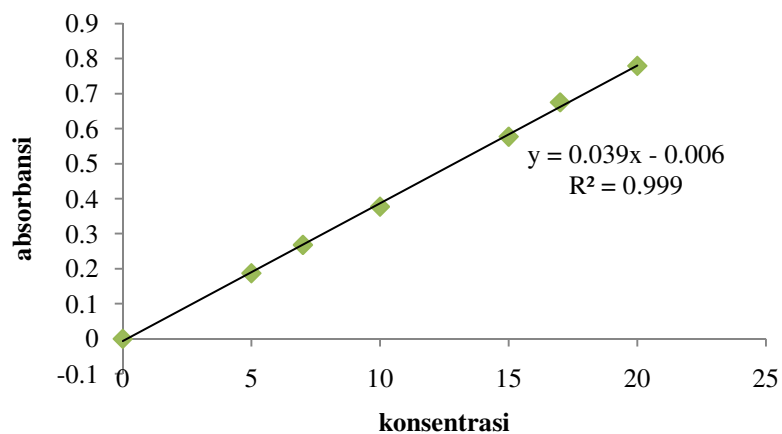
$$\begin{aligned} \% \text{ rejeksi} &= \left(1 - \frac{10,9737}{20} \right) \times 100 \% \\ &= 45,1316 \% \end{aligned}$$

4) Membran 1:0,5
 Absorbansi = 0,331
 $y = 0,038x - 0,002$
 $0,331 = 0,038x - 0,002$
 $0,333 = 0,038x$
 $x = 8,7632 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{8,7632}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 56,1842 \%$

5) Membran 1:0
 Absorbansi = 0,543
 $y = 0,038x - 0,002$
 $0,543 = 0,038x - 0,002$
 $0,545 = 0,038x$
 $x = 14,3421 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{14,3421}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 28,2895 \%$

D. pH 8

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	5	0,187
3.	7	0,268
4.	10	0,377
5.	15	0,577
6.	17	0,675
7.	20	0,779



- 1) Membran 1:2
 Absorbansi = 0,350
 $y = 0,039x - 0,006$
 $0,350 = 0,039x - 0,006$
 $0,356 = 0,039x$
 $x = 9,1282 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{9,1282}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 54,3589 \%$
- 2) Membran 1:1,5
 Absorbansi = 0,245
 $y = 0,039x - 0,006$
 $0,245 = 0,039x - 0,006$
 $0,251 = 0,039x$
 $x = 6,4359 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{6,4359}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 67,8205 \%$
- 3) Membran 1:1
 Absorbansi = 0,412
 $y = 0,039x - 0,006$
 $0,412 = 0,039x - 0,006$
 $0,418 = 0,039x$
 $x = 10,7179 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{10,7179}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 46,4103 \%$
- 4) Membran 1:0,5
 Absorbansi = 0,488
 $y = 0,039x - 0,006$
 $0,488 = 0,039x - 0,006$
 $0,494 = 0,039x$
 $x = 12,667 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{12,667}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 36,667 \%$
- 5) Membran 1:0
 Absorbansi = 0,454
 $y = 0,039x - 0,006$
 $0,454 = 0,039x - 0,006$

$$0,460 = 0,039x$$

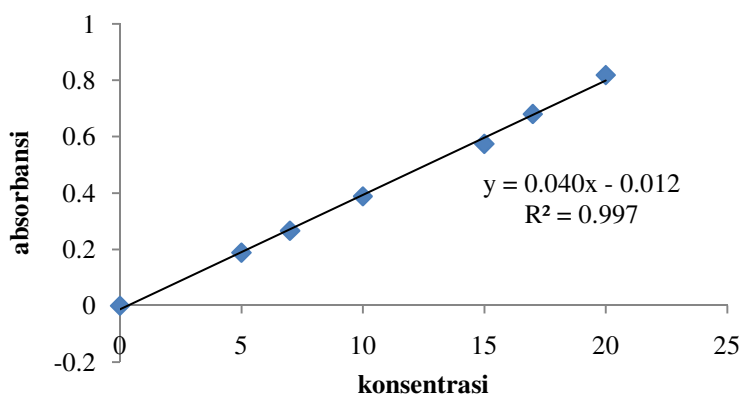
$$x = 11,7949 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{11,7949}{20} \right) \times 100 \%$$

$$= 41,0256 \%$$

E. pH 9

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	5	0,188
3.	7	0,266
4.	10	0,388
5.	15	0,574
6.	17	0,68
7.	20	0,818



M

- 1) Membran 1:2
 Absorbansi = 0,488
 $y = 0,040x - 0,012$
 $0,488 = 0,040x - 0,012$
 $0,50 = 0,040x$
 $x = 12,5 \text{ ppm}$
 $\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{12,5}{20} \right) \times 100 \%$
 $= 37,5 \%$
- 2) Membran 1:1,5
 Absorbansi = 0,242
 $y = 0,040x - 0,012$
 $0,242 = 0,040x - 0,012$
 $0,254 = 0,040x$

$$x = 6,35 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{6,35}{20} \right) \times 100 \%$$

$$= 68,25 \%$$

3) Membran 1:1

$$\text{Absorbansi} = 0,356$$

$$y = 0,040x - 0,012$$

$$0,356 = 0,040x - 0,012$$

$$0,368 = 0,040x$$

$$x = 9,2 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{9,2}{20} \right) \times 100 \%$$

$$= 54 \%$$

4) Membran 1:0,5

$$\text{Absorbansi} = 0,437$$

$$y = 0,040x - 0,012$$

$$0,437 = 0,040x - 0,012$$

$$0,449 = 0,040x$$

$$x = 11,225 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{11,225}{20} \right) \times 100 \%$$

$$= 43,875 \%$$

5) Membran 1:0

$$\text{Absorbansi} = 0,522$$

$$y = 0,040x - 0,012$$

$$0,522 = 0,040x - 0,012$$

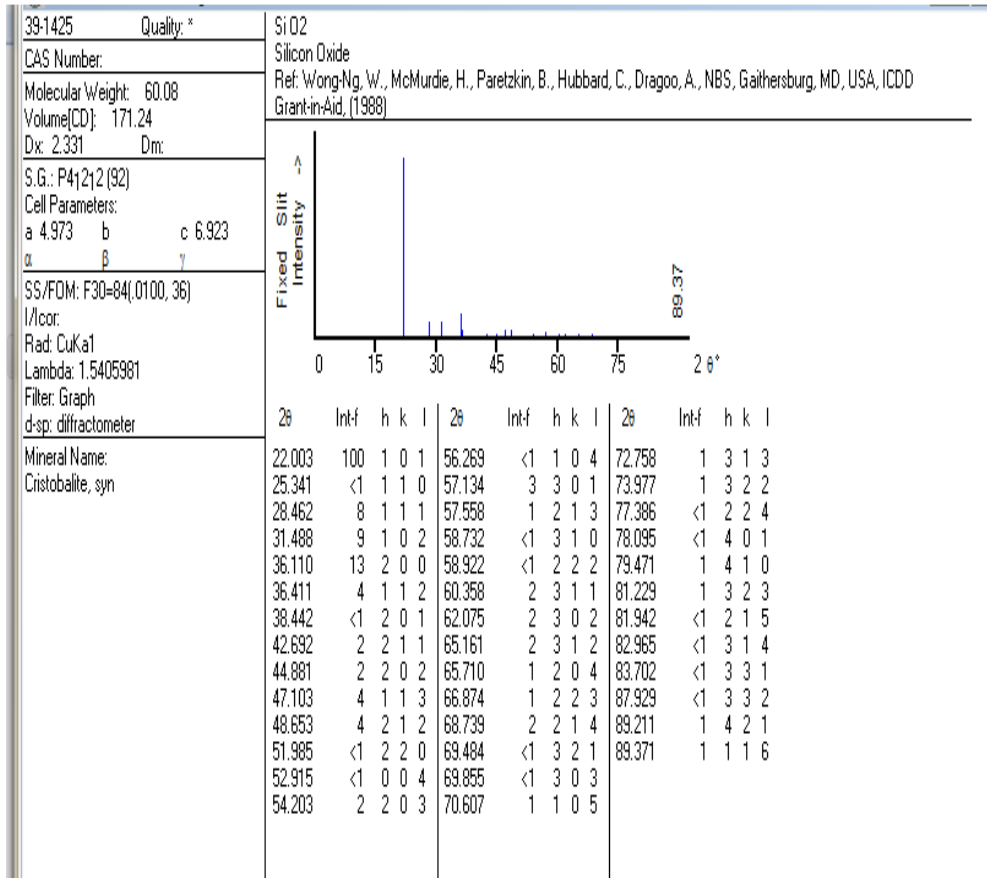
$$0,534 = 0,040x$$

$$x = 13,35 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ rejeksi} = \left(1 - \frac{13,35}{20} \right) \times 100 \%$$

$$= 33,25 \%$$

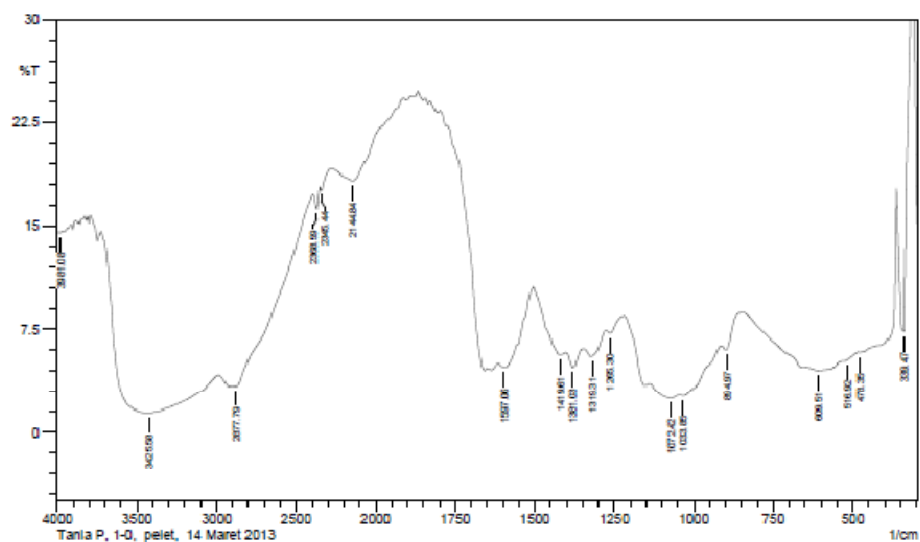
Lampiran 7. Data JCPDS SiO₂ No. 49-1425



Lampiran 8. Hasil Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:0



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

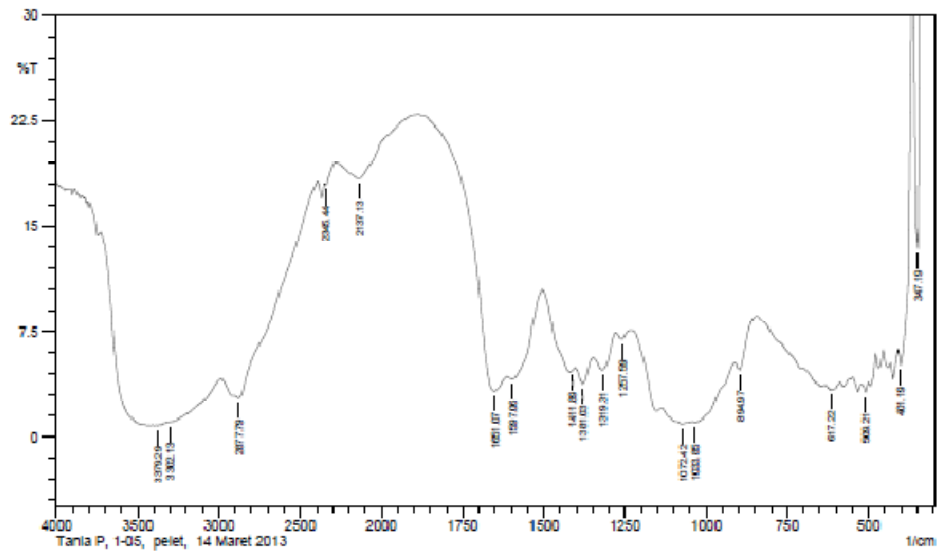


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	339.47	7.302	12.868	354.9	316.33	31.218	5.706
2	478.35	5.815	0.768	486.06	362.62	144.044	23.29
3	516.92	5.178	0.133	524.64	486.06	48.397	0.014
4	609.51	4.481	0.377	640.37	540.07	133.442	2.543
5	894.97	6.019	0.881	910.4	848.68	69.54	0.948
6	1033.85	2.699	0.271	1041.56	918.12	172.116	2.994
7	1072.42	2.521	0.427	1134.14	1049.28	132.575	4.154
8	1265.3	7.177	0.355	1273.02	1226.73	51.366	0.47
9	1319.31	5.535	1.013	1342.46	1280.73	74.949	2.723
10	1381.03	4.731	1.132	1396.46	1360.17	58.909	2.153
11	1419.61	5.645	0.891	1504.48	1404.18	115.27	3.367
12	1597.06	4.748	1.074	1612.49	1512.19	119.504	5.934
13	2144.84	18.236	2.714	2276	1913.39	253.296	11.66
14	2345.44	17.536	0.404	2353.16	2283.72	51.012	0.217
15	2368.59	16.194	1.375	2391.73	2363.16	29.81	0.673
16	2877.79	3.362	0.698	2900.94	2399.45	539.951	1.734
17	3425.58	1.4	8.933	3726.47	2993.52	1157.499	343.964
18	3981.08	14.513	0.097	3988.79	3919.35	57.751	0.205

Lampiran 9. Hasil Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:0,5



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

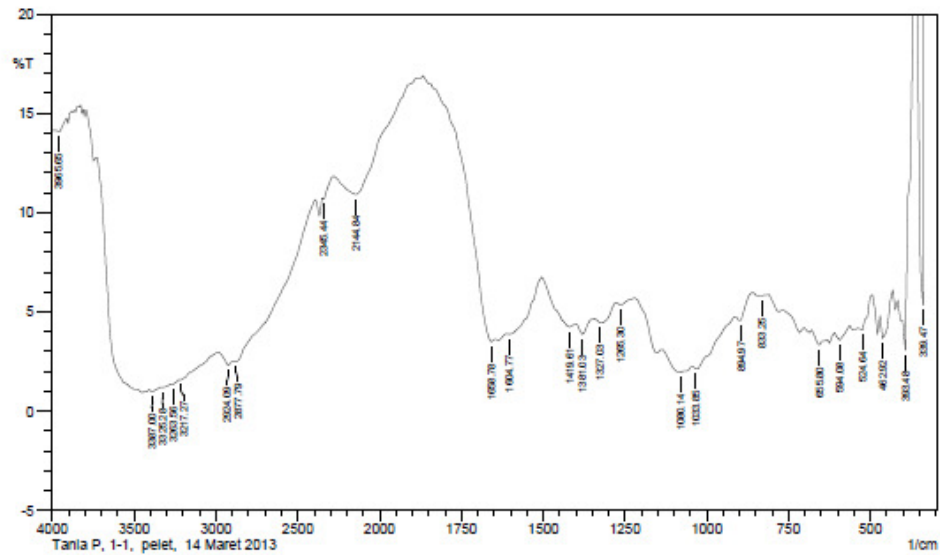


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	347.19	13.35	43.76	362.62	331.76	16.07	8.93
2	401.19	5.09	5.34	408.91	370.33	39.44	7.75
3	509.21	3.19	1.3	524.64	476.35	64.63	4.05
4	617.22	3.34	0.41	632.65	594.08	56.22	1.22
5	894.97	4.79	1.31	910.4	848.68	72.86	1.77
6	1033.85	0.97	0.36	1041.56	918.12	202.48	4.8
7	1072.42	0.92	0.39	1134.14	1049.28	165.08	8.03
8	1257.59	6.92	0.48	1273.02	1234.44	44	0.51
9	1319.31	4.76	1.49	1342.46	1280.73	77.19	4.05
10	1381.03	3.78	1.27	1396.46	1350.17	62.18	2.91
11	1411.89	4.75	0.51	1504.48	1404.18	120.25	4.55
12	1597.06	4.13	1.09	1612.49	1512.19	122.96	6.3
13	1651.07	3.25	3.13	1882.52	1620.21	240.97	7.66
14	2137.13	18.35	2.37	2276	1890.24	269.68	9.58
15	2345.44	17.91	0.26	2353.16	2283.72	50.49	0.18
16	2677.79	2.76	0.65	2900.94	2399.45	530.92	2.03
17	3302.13	1.06	0.15	3317.56	2993.52	549.29	7.67
18	3379.29	0.81	0.05	3387	3317.56	141.93	1.56

Lampiran 10. Hasil Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:1



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

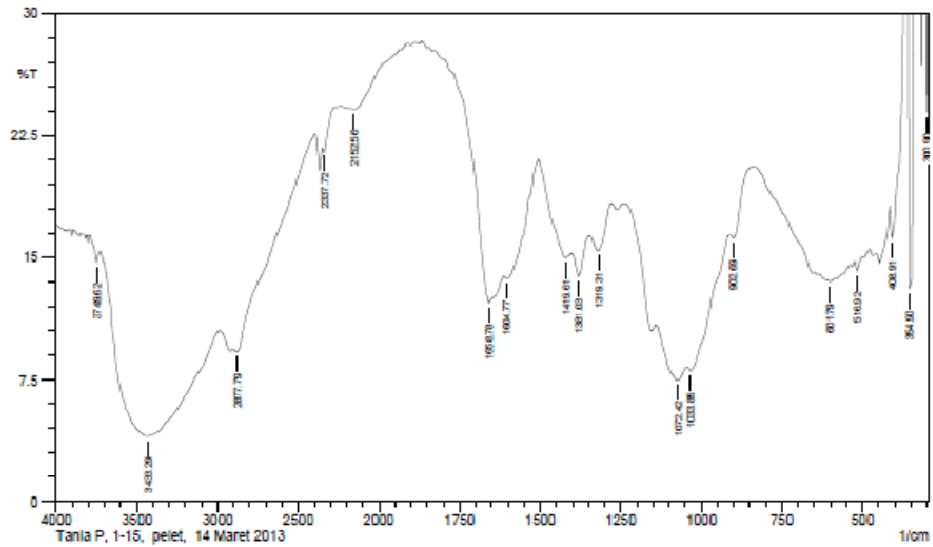


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	339.47	5.33	62.94	362.62	331.76	24.07	18.46
2	393.48	3.07	11.85	432.05	370.33	71.98	15.08
3	462.92	3.67	2.01	493.78	439.77	73.32	6.03
4	524.64	4.09	0.71	540.07	501.49	51.47	1.46
5	594.08	3.57	0.44	609.51	570.93	54.76	1.05
6	655.8	3.32	0.44	678.94	640.37	56.06	1.05
7	833.25	5.8	0.08	856.39	825.53	38.11	0.15
8	894.97	4.58	0.58	910.4	864.11	59.41	0.87
9	1033.85	2.12	0.28	1041.56	918.12	183.37	1.77
10	1080.14	1.95	0.58	1134.14	1049.28	140.72	5.9
11	1265.3	5.33	0.14	1273.02	1226.73	58.28	0.22
12	1327.03	4.43	0.42	1342.46	1280.73	81.66	1.85
13	1381.03	3.86	0.6	1396.46	1350.17	63.59	1.38
14	1419.61	4.23	0.52	1504.48	1404.18	130.7	3.17
15	1604.77	3.87	0.24	1612.49	1512.19	132.89	3.91
16	1658.78	3.49	2.78	1867.09	1612.49	268.97	7.67
17	2144.84	10.91	2.58	2276	1890.24	346.49	18.5
18	2345.44	10.68	0.16	2353.16	2283.72	65.8	0.18
19	2877.79	2.5	0.16	2885.51	2399.45	616.96	0.72
20	2924.09	2.31	0.36	2978.09	2893.22	135.5	2.42
21	3217.27	1.58	0.05	3224.98	2965.81	394.96	0.46
22	3263.56	1.35	0.08	3278.99	3224.98	99.45	0.68
23	3325.28	1.19	0.06	3340.71	3278.99	117.36	0.8
24	3387	0.98	0.1	3402.43	3340.71	121.44	1.24
25	3965.65	14.09	0.11	3973.36	3919.35	45.59	0.2

Lampiran 11. Hasil Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:1,5



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



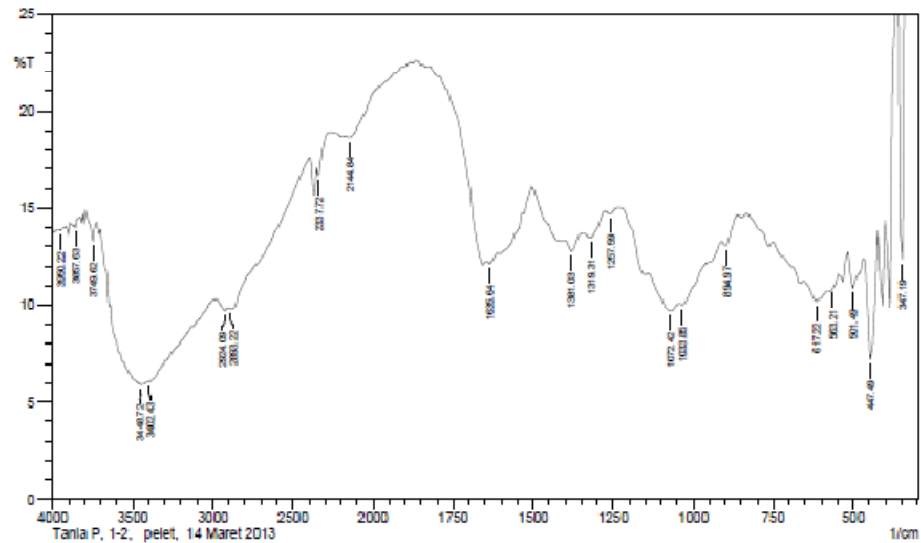
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	23.91	54.7	308.61	293.18	8.03	3.47
2	354.9	13.07	46.37	362.62	331.76	16.97	11.94
3	408.91	16.12	4.71	416.62	370.33	30.98	4.11
4	516.92	14.17	0.69	524.64	486.06	31.97	0.26
5	601.79	13.5	2.31	633.25	540.07	234.54	10.48
6	902.69	16.15	0.74	910.4	840.96	50.65	0.47
7	1033.85	8.03	0.72	1041.56	918.12	116.3	2.05
8	1072.42	7.46	1.44	1134.14	1049.28	91.92	4.28
9	1319.31	15.38	1.68	1342.46	1280.73	48.39	1.53
10	1381.03	13.8	1.72	1396.46	1350.17	38.21	1.11
11	1419.61	14.94	1.19	1504.48	1404.18	77.61	2.1
12	1604.77	13.69	0.67	1612.49	1512.19	79.03	2.36
13	1658.78	12.22	4.3	1859.38	1612.49	170.38	4.83
14	2152.56	24.09	1.18	2237.43	1913.39	192.44	3.75
15	2337.72	21.5	0.58	2353.16	2245.14	68.29	0.17
16	2877.79	9.18	0.77	2900.94	2399.46	406.96	0.87
17	3433.29	4.02	9.4	3726.47	2993.62	869	211.4
18	3749.62	14.69	0.66	3766.19	3734.19	44.01	0.56

Lampiran 12. Hasil Spektra FT-IR Membran Kitosan-Silika 1:2

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

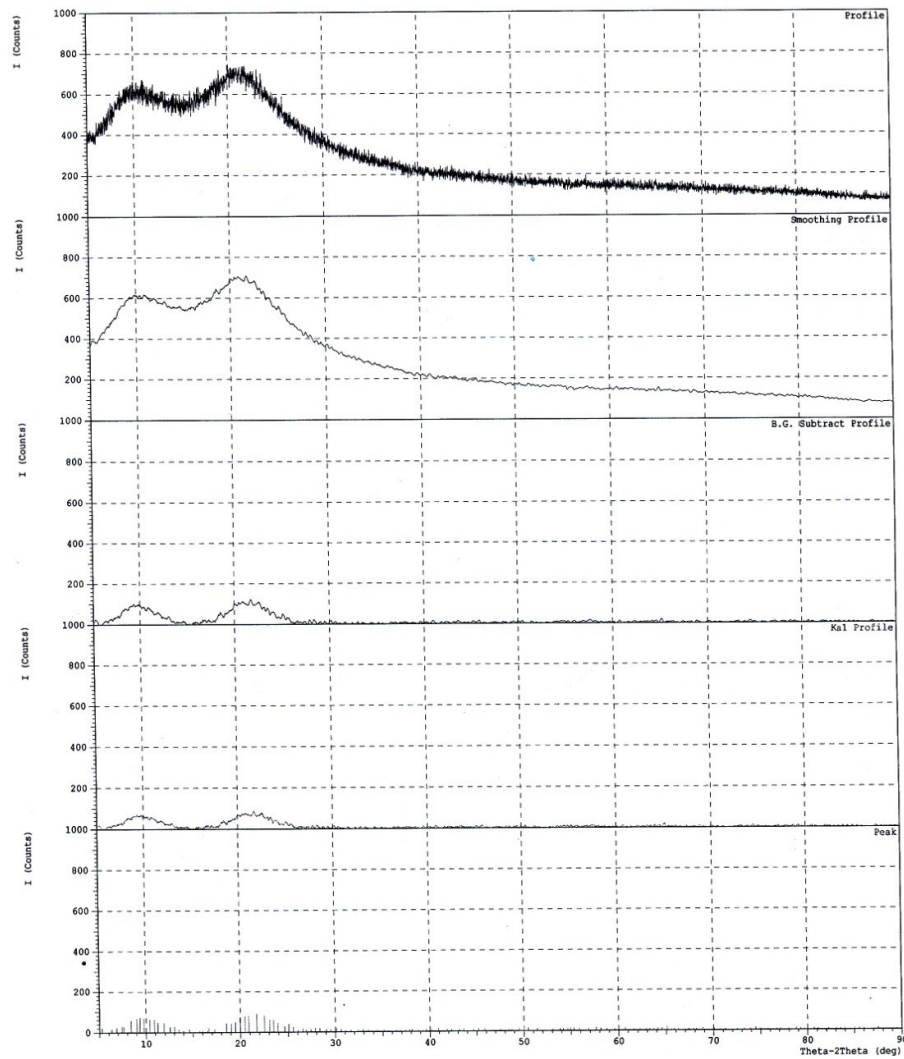


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	347.19	12.35	41.29	362.62	316.33	24.38	14.37
2	447.49	7.21	5.66	462.92	424.34	39.36	5.37
3	501.49	10.84	1.76	516.92	470.63	43.4	1.63
4	563.21	10.68	0.3	570.93	547.78	22.03	0.08
5	617.22	10.19	0.71	648.08	586.36	60.43	0.94
6	894.97	13.05	0.68	910.4	864.11	39.88	0.45
7	1033.85	10	0.27	1041.56	916.12	115.84	0.54
8	1072.42	9.72	0.72	1134.14	1049.28	84.11	1.71
9	1257.59	14.69	0.24	1273.02	1234.44	31.95	0.12
10	1319.31	13.44	0.65	1342.46	1280.73	52.87	0.72
11	1381.03	12.72	0.69	1396.46	1360.17	40.76	0.5
12	1635.64	12.1	0.37	1643.35	1504.48	120.57	2.65
13	2144.84	18.87	0.35	2167.99	1890.24	191.79	1.02
14	2337.72	16.68	0.65	2353.16	2260.57	66.63	0.27
15	2893.22	9.78	0.18	2900.94	2399.45	440.53	0.86
16	2924.09	9.71	0.25	2978.09	2908.65	69.68	0.39
17	3402.43	6.05	0.09	3410.15	2985.81	463.55	0.45
18	3448.72	5.92	0.98	3703.33	3417.86	319.09	21.42
19	3749.62	13.25	1.07	3788.19	3734.19	46.25	0.77
20	3887.63	13.98	0.4	3888.49	3834.49	45.7	0.22
21	3960.22	13.79	0.15	3965.65	3919.35	39.63	0.09

Lampiran 13. Hasil Uji Kristalinitas Serbuk Silika

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name : Tania Prameswari
File Name : Tania Prameswari.PKR
Sample Name : Serbuk Silika
Comment : Serbuk Silika



*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
 Data Name : Tania Prameswari
 File Name : Tania Prameswari.PKR
 Sample Name : Serbuk Silika
 Comment : Serbuk Silika

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	30	21.7200	4.08843	100	0.00000	88	0
2	29	20.8800	4.25097	89	0.00000	78	0
3	31	22.5200	3.94497	89	0.00000	78	0

# Peak Data List							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1		5.2850	16.70789	22	0.29000	19	309
2		6.3300	13.95178	16	0.42000	14	282
3		6.8400	12.91262	23	0.39000	20	356
4		7.4000	11.93666	31	0.56000	27	623
5		7.6200	11.59252	31	0.00000	27	0
6		8.4000	10.51774	63	1.04000	55	3156
7		9.0200	9.79613	73	0.00000	64	0
8		9.3400	9.46121	81	0.00000	71	0
9		9.7600	9.05499	77	0.00000	68	0
10		10.4000	8.49915	69	0.00000	61	0
11		10.8800	8.12524	67	0.00000	59	0
12		11.2600	7.85187	53	0.00000	47	0
13		11.9000	7.43099	49	0.80000	43	2191
14		12.5400	7.05313	27	0.00000	24	0
15		13.0200	6.79417	32	0.46660	28	850
16		13.4800	6.56334	15	0.16000	13	216
17		14.0000	6.32070	9	0.00000	8	0
18		14.6280	6.05073	15	0.09600	13	174
19		15.7000	5.63991	10	0.06000	9	57
20		16.0000	5.53483	7	0.00000	6	0
21		16.5400	5.35533	7	0.04000	6	44
22		16.6700	5.31386	20	0.16000	18	232
23		17.2800	5.12762	19	0.20000	17	339
24		18.5350	4.78316	47	0.68340	41	1407
25		19.0200	4.66228	45	0.28000	40	1081
26		19.4600	4.55784	53	0.00000	47	0
27		19.9800	4.44038	78	0.00000	69	0
28		20.4800	4.33308	88	0.00000	77	0
29		20.8800	4.25097	89	0.00000	78	0
30		21.7200	4.08843	100	0.00000	88	0
31		22.5200	3.94497	89	0.00000	78	0
32		23.0600	3.85379	66	0.00000	58	0
33		23.4600	3.78898	66	0.50000	58	1425
34		23.9200	3.71715	48	0.98400	42	1668
35		24.6400	3.61014	28	0.00000	25	0
36		25.0750	3.54849	42	0.39000	37	814
37		25.5400	3.48492	27	0.48000	24	596
38		26.0600	3.41655	7	0.00000	6	0
39		26.5900	3.34964	16	0.10000	14	131
40		26.8900	3.31295	9	0.14000	8	123
41		27.3900	3.25360	13	0.14000	11	131
42		27.8725	3.19836	18	0.17500	16	173
43		28.3500	3.14557	18	0.30000	16	258
44		29.0400	3.07238	11	0.12000	10	93
45		29.5000	3.02551	13	0.12000	11	105
46		30.1200	2.96463	16	0.23000	14	165
47		30.5850	2.92060	11	0.19000	10	121

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	31.0900	2.87431	5	0.10000	4	27
49	31.6000	2.82907	9	0.12000	8	71
50	32.3866	2.76213	7	0.05330	6	19
51	32.9350	2.71738	9	0.13000	8	65
52	33.4433	2.67723	8	0.08670	7	43
53	34.4475	2.60145	7	0.09500	6	45
54	35.1533	2.55082	8	0.06670	7	29
55	35.5983	2.51995	3	0.01670	3	6
56	36.4550	2.46267	8	0.15000	7	67
57	36.8650	2.43621	7	0.13000	6	74
58	37.4533	2.39929	6	0.09330	5	48
59	37.8233	2.37666	9	0.11330	8	76
60	38.1000	2.36004	9	0.08000	8	57
61	38.7600	2.32136	7	0.04000	6	34
62	39.6150	2.27320	10	0.13000	9	88
63	40.1700	2.24307	8	0.16000	7	96
64	40.9250	2.20341	14	0.23000	12	167
65	41.8400	2.15732	8	0.16000	7	52
66	42.3100	2.13443	8	0.18000	7	133
67	43.1375	2.09539	7	0.15500	6	66
68	43.6000	2.07422	13	0.25340	11	209
69	44.6675	2.02710	7	0.13500	6	63
70	45.2000	2.00445	11	0.20000	10	145
71	45.8350	1.97814	14	0.23000	12	151
72	46.3666	1.95670	5	0.06670	4	20
73	47.4900	1.91300	7	0.14000	6	89
74	48.4200	1.87840	8	0.20000	7	87
75	48.7466	1.86658	7	0.09330	6	33
76	49.5225	1.83914	10	0.14500	9	119
77	50.0000	1.82269	11	0.16000	10	99
78	50.4575	1.80723	14	0.12500	12	101
79	51.4116	1.77591	9	0.15670	8	81
80	51.9000	1.76034	3	0.04000	3	16
81	53.0550	1.72470	5	0.15000	4	33
82	53.8250	1.70183	8	0.15000	7	74
83	54.1800	1.69152	8	0.12000	7	72
84	54.6150	1.67907	10	0.19000	9	129
85	54.9100	1.67074	11	0.18000	10	82
86	55.2850	1.66030	11	0.19000	10	91
87	55.8600	1.64456	9	0.36000	8	152
88	56.5400	1.62638	5	0.12000	4	41
89	56.8700	1.61773	9	0.30000	8	179
90	57.6533	1.59760	15	0.26670	13	241
91	58.1433	1.58530	10	0.19330	9	120
92	58.7600	1.57012	7	0.16000	6	77
93	59.5900	1.55022	6	0.06000	5	43
94	60.0300	1.53990	5	0.06000	4	39
95	60.7133	1.52420	11	0.18670	10	109
96	61.1850	1.51357	3	0.03000	3	13
97	61.6300	1.50371	5	0.14000	4	36
98	62.2400	1.49043	8	0.28000	7	108
99	62.8850	1.47668	6	0.15000	5	60
100	63.2650	1.46872	8	0.11000	7	72
101	63.7000	1.45974	8	0.12000	7	63
102	64.1100	1.45139	11	0.18000	10	94
103	64.5300	1.44295	10	0.26000	9	116
104	65.0950	1.43179	20	0.23000	18	193
105	65.5400	1.42314	6	0.08000	5	32
106	65.8300	1.41757	5	0.18000	4	52
107	66.2750	1.40913	7	0.27000	6	86
108	66.7550	1.40016	3	0.03000	3	10
109	67.3950	1.38841	7	0.19000	6	64

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
110	67.8600	1.38002	6	0.04000	5	18
111	68.1600	1.37468	6	0.12000	5	56
112	68.8350	1.36283	11	0.19000	10	109
113	70.0600	1.34197	7	0.16000	6	85
114	70.6900	1.33155	5	0.06000	4	32
115	71.2700	1.32213	5	0.06000	4	25
116	72.5200	1.30239	3	0.04000	3	15
117	73.2450	1.29128	7	0.09000	6	67
118	73.9300	1.28100	7	0.14000	6	58
119	74.4700	1.27304	13	0.28000	11	148
120	74.9700	1.26579	8	0.14000	7	63
121	75.7700	1.25440	3	0.06000	3	23
122	76.7200	1.24122	5	0.12000	4	30
123	77.0966	1.23609	8	0.23330	7	92
124	77.9800	1.22428	7	0.24000	6	99
125	78.7750	1.21391	10	0.17000	9	96
126	79.2583	1.20772	10	0.14330	9	78
127	79.6400	1.20288	3	0.04000	3	15
128	80.6850	1.18992	9	0.21000	8	88
129	81.1350	1.18445	7	0.17000	6	47
130	82.2000	1.17178	7	0.24000	6	92
131	82.6500	1.16654	3	0.10000	3	24
132	83.0600	1.16182	5	0.08000	4	26
133	83.5350	1.15642	5	0.09000	4	26
134	83.9850	1.15136	7	0.19000	6	61
135	84.5325	1.14530	6	0.10500	5	31
136	85.0433	1.13972	7	0.08670	6	28
137	85.5300	1.13447	7	0.10000	6	30
138	86.0200	1.12926	5	0.08000	4	26
139	87.5050	1.11388	8	0.17000	7	81
140	89.4950	1.09420	3	0.07000	3	27

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group Name      : Data 2013
  Data Name      : Tania Prameswari
  File Name      : Tania Prameswari.RAW
  Sample Name    : Serbuk Silika
  Comment       : Serbuk Silika
  Date & Time    : 03-19-13 11:26:51

# Measurement Condition
  X-ray tube
    target       : Cu
    voltage      : 40.0 (kV)
    current      : 30.0 (mA)

  Slits
    divergence slit : 1.00 (deg)
    scatter slit   : 1.00 (deg)
    receiving slit  : 0.30 (mm)

  Scanning
    drive axis     : Theta-2Theta
    scan range     : 5.0000 - 90.0000 (deg)
    scan mode      : Continuous Scan
    scan speed     : 5.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time    : 0.24 (sec)

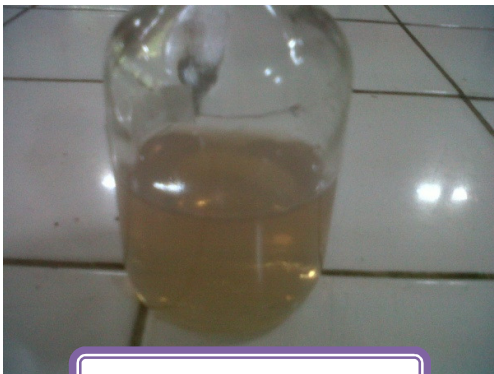
# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
    smoothing points : 27
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points : 27
    repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
    differential points : 27
    FWHM threshold   : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

Lampiran 14. Dokumentasi penelitian

Sekam padi, arang sekam padi,
silika abu sekam padi



Natrium silikat



Larutan natrium silikat



Larutan kitosan



Larutan kitosan+natrium



Pencetakan membran



Pompa vakum



Hasil filtrasi