



**SINTESIS MEMBRAN KITOSAN TERMODIFIKASI
SILIKA ABU SEKAM PADI UNTUK PROSES
DEKOLORISASI**

Skripsi

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

oleh

**Nova Shintia Bokau
431409047**

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

2013

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa 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, Juli 2013

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, Juli 2013

Pembimbing I,

Pembimbing II,

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

M. Alauhdin, S.Si., M.Si
NIP. 198101082005011002

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

**SINTESIS MEMBRAN KITOSAN TERMODIFIKASI SILIKA ABU
SEKAM PADI UNTUK PROSES DEKOLORISASI**

disusun oleh

Nova Shintia Bokau

4311409047

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas
Negeri Semarang pada tanggal 22 Juli 2013

Panitia:

Ketua,

Sekretaris,

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

Dra.Woro Sumarni, M.Si
NIP.198507231993032001

Ketua Penguji

Harjito, S.Pd., M.Sc
NIP.197206232005011001

Anggota Penguji/
Pembimbing Utama,

Anggota Penguji/
Pembimbing Pendamping,

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

M. Alauhdin, S.Si.,M.Si
NIP. 198101082005011002

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO:

- *“Wattaqullaah wa yu'allimukumullaah, wallaahu bikulli syai-in 'alim.”*

“Bertakwalah pada Allah maka Allah akan mengajarimu. Sesungguhnya Allah Maha Mengetahui segala sesuatu.” Q.S: Al-Baqarah ayat 282.

- *Musuh yang paling berbahaya di atas dunia ini adalah penakut dan bimbang. Teman yang paling setia, hanyalah keberanian dan keyakinan yang teguh.*
- *Sukses Bukanlah Tujuan Hidupku, Tetapi Sukses Adalah Jalan Hidupku.*

Skripsi ini kusembahkan untuk:

- *Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Penyayang*
- *Ayahanda Maxi Bokau dan Ibu Minatun tersayang
Adekku tersayang Dany Kristian Bokau dan Keluarga Besarku*
- *Sahabat-sahabat terbaikku Tania, Devita, Dyah, Uswa, Aziz, Ulil, Natan, Dwimas, fahri, , Mas Iwan
Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2009 dan Semua orang yang aku sayangi*

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan kasih dan kemurahan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul **Sintesis Membran Kitosan Termodifikasi Silika Abu Sekam Padi Untuk Proses Dekolorisasi**. 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 pertama yang telah memberikan petunjuk, arahan, dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
6. Muhammad Alauhdin, S.Si., M.Si sebagai Pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan dan masukan dalam penyusunan skripsi ini.
7. Harjito, S.Pd., M.Sc. sebagai penguji yang telah memberi saran kepada penulis, sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
8. 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, Juli 2013

Penulis

ABSTRAK

Bokau, N.S., 2013. Sintesis Membran Kitosan Termodifikasi Silika Abu Sekam Padi Untuk Proses Dekolorisasi. Skripsi, Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing I: Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si., Pembimbing II: Muhammad Alauhdin, S.Si., M.Si.

Kata Kunci: Membran Kitosan-silika, dekolourisasi zat warna

Telah dilakukan penelitian mengenai sintesis membran kitosan termodifikasi silika abu sekam padi untuk proses dekolourisasi. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh penambahan massa silika abu sekam padi terhadap karakteristik membran kitosan-silika, serta untuk mengetahui kemampuan membran kitosan-silika dalam proses dekolourisasi zat warna. Dilakukan variasi komposisi membran kitosan-silika sebesar 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2 (v/v). Karakteristik membran kitosan-silika dapat dilihat dari gugus fungsi membran menggunakan FTIR, kapasitas penyerapan menggunakan metode gravimetri, permeabilitas membran menggunakan metode mekanika fluida, dan aplikasi membran untuk proses dekolourisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil karakterisasi kapasitas penyerapan air dan permeabilitas membran menunjukkan bahwa adanya peningkatan seiring dengan penambahan massa silika abu sekam padi. Karakterisasi gugus fungsi menunjukkan adanya gugus fungsi baru yaitu -OH, -NH₂, -Si-O-R dan -Si-O-Si. Komposisi terbaik diperoleh pada membran kitosan-silika 1:2 (v/v) dengan koefisien rejeksi sebesar 88,41%. Hal ini diperkuat dengan adanya uji morfologi membran kitosan-silika 1:2 menggunakan *Digital CCD Microscope MS-804*. Penggunaan membran kitosan-silika sebanyak 8 kali dengan koefisien rejeksi 44,77% merupakan penggunaan maksimal dari membran tersebut.

ABSTRACT

Bokau, N.S.,2013. Synthesis of Chitosan Membran modified by silica from Rice Husk Ash for Decolorization Process.Final Project, Department of Chemistry, Chemistry Study Program, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Supervisor I: Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si., Supervisor II: M.Alauhdin, S.Si.,M.Si

Keywords: Chitosan-silica membran, decolorization

Research on the synthesis of chitosan membran modified with silica rice husk ash and its application on the decolorization process has been done. The purpose of this study is to determine the effect of rice husk ash silica mass on the characteristics of chitosan-silica membran, and to determine the ability of chitosan-silica membran in the process of dye decolorization. Varying the composition of the chitosan-silica membran of 1:0; 1:0,5; 1:1, 1:1.5; 1:2 (v / v). Characteristics test of the membran was done through the swelling index, functional group analysis, as well as the rejection coefficient of decolorization process, and repeatability. Swelling test of distilled water characterization showed the increasing of swelling index along with the increasing mass of silica. FTIR characterization showed that functional groups present in the membran are OH, NH₂, Si-O-R and Si-O-Si. Rejection coefficient measurement toward decolorization process showed that the membran would be more selective by increasing of the mass of silica. The best composition is obtained on chitosan-silica membran 1:2 with 88.41% of rejection coefficient. The data supported by morphology of chitosan-silica membran 1:2 show educing Digital CCD Microscope MS-804. Chitosan-silica membrans canbe used as much as 8 times. This is dueto the decreasing rejection coefficient to 44.77% after eighth usage of chitosan-silica membran.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	6
2. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Zat Warna Tekstil <i>Remazol Brilliant Blue</i>	7
2.2 Membran	9
2.3 Kitosan	12
2.4 Silika Abu Sekam Padi	13
2.5 <i>Dekolorisasi</i>	16

2.6 Penelitian-Penelitian Terkait	17
3. METODE PENELITIAN	18
3.1 Lokasi Penelitian	18
3.2 Variabel Penelitian	18
3.3 Rancangan Penelitian	19
3.3.1 Alat dan Bahan	19
3.3.1.1 Alat Penelitian	19
3.3.1.2 Bahan Penelitian	19
3.3.2 Prosedur Kerja	20
3.3.2.1 Pembuatan Silika Abu Sekam Padi	20
3.3.2.2 Pembuatan Natrium Silikat	21
3.3.2.3 Pembuatan Larutan Kitosan	22
3.3.2.4 Pembuatan Membran Kitosan-Silika	22
3.3.2.5 Uji Swelling	24
3.3.2.6 Penentuan Fluks Membran	24
3.3.2.7 Pembuatan Larutan Induk <i>RBB</i> 100 ppm	25
3.3.2.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Zat Warna <i>RBB</i>	25
3.3.2.9 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Zat Warna <i>RBB</i>	26
3.3.2.10 Optimasi pH dan Selektivitas Membran Kitosan-Silika Terhadap Proses Dekolorisasi Zat Warna <i>RBB</i> pada pH Optimal	26
3.3.2.11 Penentuan Kinerja Membran Setelah Digunakan Secara Berulang	27
3.3.2.12 Gambar Alat Kerja Pada Proses Dekolorisasi	27
4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Pembuatan Silika Abu Sekam Padi	28
4.1.1 Pembuatan Natrium Silikat	30
4.2 Karakterisasi Membran Kitosan-Silika	31
4.2.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Membran Kitosan-Silika	31
4.2.2 Kapasitas Penyerapan Air (Swelling) oleh Membran Kitosan-silika	33
4.2.3 Permeabilitas Membran Kitosan-Silika	34
4.3 Aplikasi Membran Kitosan-Silika untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna	36
4.3.1 Penentuan pH Maksimum	36

4.3.2 Pengaruh Penambahan Silika pada Membran Kitosan Untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna	38
4.4 Penggunaan Membran Kitosan-Silika Secara Berulang	41
5. PENUTUP	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA.....	45
LAMPIRAN.....	48

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Nama dan Struktur Kimia Gugus Kromofor	7
4.1. Data Hasil Rendemen Silika Abu Sekam	28
4.2. Hasil Analisis Kadar Silika Oksida	30
4.3. Hasil Analisis Gugus Fungsi Membran Kitosan-Silika	32
4.4. Data Hasil Uji Swelling Membran Kitosan-Silika	33
4.5. Hasil Perhitungan Permeabilitas Membran	35

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. <i>Remazol Brilliant Blue</i>	8
2.2. Skema Proses Membran.....	10
2.3. Kitosan	13
3.1 Gambar Alat Kerja Pada Proses Dekolorisasi .	27
4.1. Hasil Difraktogram Silika Abu Sekam .	29
4.2. Spektra FTIR Gabungan Variasi Membran .	31
4.3. Grafik Pengaruh pH Terhadap Koefisien Rejeksi .	36
4.4. Gambar Permukaan Membran Kitosan-Silika 1:0 dan 1:2 .	40
4.5. Kinerja Membran Setelah Digunakan Secara Berulang.	42

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir Prosedur Penelitian	57
2. Perhitungan Kadar Natrium Silikat.....	63
3. Analisis Kadar Na_2SiO_3 Menggunakan AAS	65
4. Perhitungan Hasil Penelitian	66
5. Data JCPDS Silika Oksida Nomor 39-1425	95
6. Data Hasil Difraktogram XRD Silika Sekam Padi	96
7. Hasil FTIR Membran Kitosan-Silika	101
8. Dokumentasi Penelitian	106

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran lingkungan semakin meningkat seiring dengan perkembangan industri yang pesat. Penggunaan zat warna tekstil umumnya memberikan dampak yang negatif karena memberikan kontribusi yang besar pada pencemaran air apabila limbah dibuang tanpa pengolahan terlebih dahulu (Indrawati, 2008). Zat warna tekstil adalah semua zat warna yang mempunyai kemampuan untuk diserap oleh serat tekstil dan mudah dihilangkan. Zat warna mempunyai gugus yang dapat menimbulkan warna disebut gugus kromofor dan gugus yang dapat mengadakan ikatan dengan serat tekstil disebut auksokrom (Dewi & Siti, 2006). Zat warna tekstil banyak digunakan pada proses pencelupan dan pencapan. Zat warna reaktif yang banyak digunakan diantaranya: *Remazol Brilliant Blue*, *Remazol Red*, *Remazol Golden Yellow*, *Remazol Orange 3R*, *Remazol Black B*. Zat warna *Remazol Brilliant Blue* merupakan zat warna reaktif yang sering digunakan untuk proses pencelupan pada kain (Noorikhlas, *et al.*, 2008).

Dalam penelitian ini telah dilakukan proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* dengan metode filtrasi. Proses dekolorisasi diartikan sebagai proses penurunan intensitas warna. Zat warna *remazol brilliant blue* merupakan salah satu zat warna yang bersifat karsinogenik karena dapat merangsang tumbuhnya kanker, dapat membahayakan bagi kesehatan, perubahan

mempengaruhi kandungan oksigen dalam air, mempengaruhi pH air lingkungan yang menjadikan gangguan bagi mikroorganisme dan hewan air (Nirmasari & Asty, 2008).

Metode filtrasi dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya dengan menggunakan teknologi membran. Membran sering digunakan dalam bidang yang berhubungan dengan teknik pemisahan seperti proses pemisahan gas, dialisis, osmosis balik, mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, dan proses elektrodialisis. Disamping itu membran juga dimanfaatkan sebagai bahan pendukung untuk menghasilkan energi alternatif yaitu *fuel cell*. Selama ini membran yang dipergunakan untuk teknik filtrasi dan *fuel cell* masih merupakan produk impor. Beberapa membran komersial semuanya menggunakan bahan polimer sintetik, misalnya: poliamida., polisulfon, poliester, polietilena. Membran komersil dibuat dengan teknik yang bermacam-macam, mulai dari cara pencetakan, pembalikan fasa (inversifasa), penarikan (*stretching*), dan pengetsaan, sehingga menghasilkan membran yang memiliki karakteristik yang berbeda-beda (Handayani, 2009).

Dalam pembuatan membran perlu ditambahkan bahan pendukung agar diperoleh membran dengan karakteristik yang baik. Salah satu bahan yang digunakan untuk pembuatan membran adalah kitosan. Kitosan adalah polisakarida kationik yang terdiri dari residu glukosamin dan N-asetilglukosamin yang terikat oleh ikatan β -1,4 glikosidik. Kitosan mengandung gugus amina bebas yang memberikan karakteristik sebagai penukar ion. Namun, kelarutan yang terbatas pada kitosan menyebabkan keterbatasan dalam aplikasinya. Handayani

(2009) melakukan penelitian untuk mengatasi permasalahan kelarutan kitosan di dalam air, peningkatan karakteristik fisik serta kimianya.

Permasalahan kelarutan kitosan dalam air ini dilakukan dengan cara memodifikasi gugus hidroksil dan amina pada unit glukosamin pada kitosan. Pengikatsilangan kitosan adalah solusi yang ditawarkan untuk mengatasi permasalahan sifat mekanik dari kitosan. Zat-zat yang digunakan sebagai pengikatsilangan kitosan diantaranya dengan glutaraldehid, asam sulfat, senyawa epoksi, dan lain-lain. Penambahan silika dalam biomaterial kitosan dapat meningkatkan permeabilitas terhadap oksigen, serta ketahanan fisik terhadap suhu tinggi. Modifikasi antara silika dan kitosan menghasilkan membran dengan ketahanan fisik yang baik (Handayani, 2009).

Modifikasi kitosan dan silika ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis material berbasis silika untuk proses dekolonisasi zat warna dengan metode filtrasi. Silika dapat disintesis dari berbagai macam sumber daya alam yang mengandung banyak silika. Salah satu sumber silika yang sajuh ini belum dimanfaatkan secara maksimal adalah sekam padi. Sekam padi pada umumnya dibuang begitu saja dan menjadi sampah yang menyebabkan pencemaran lingkungan. Sejuah ini pemanfaatan limbah tersebut diantaranya sebagai bahan bakar dan sebagai bahan tambahan pembuatan batu bata. Untuk lebih meningkatkan nilai tambah dari limbah sekam padi dilakukan pengolahan salah satunya diproduksi menjadi silika. Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Harsono (2002) menunjukkan kandungan dari abu sekam padi banyak

mengandung silika sebesar 94 - 96 % dan apabila nilainya kurang dari 90%, kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi zat lain.

Di Indonesia sudah dikembangkan teknik pengolahan sekam padi sebagai adsorben untuk mengatasi permasalahan limbah yang mencemari lingkungan. Sekam padi dapat digunakan sebagai adsorben yang baik setelah diubah menjadi abu sekam padi. Abu sekam padi diperoleh melalui pembakaran sekam padi. Abu sekam padi yang berasal dari pembakaran sekam padi mengandung silika kadar tinggi yaitu 87-97% serta sedikit alkali dan alkali tanah sebagai unsur minor. Salah satu pemanfaatan silika adalah sebagai penyerap kadar air diudara sehingga memperpanjang masa simpan dan sebagai bahan campuran pembuatan keramik (Islam & Ani, 2000). Tingginya kandungan silika abu sekam padi ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku material berbasis silika seperti silika gel dan membran silika. Silika gel dapat disintesis melalui proses sol-gel dengan melakukan kondensasi larutan natrium silikat dalam suasana asam. Membran silika dapat disintesis dengan menambahkan serbuk silika dengan agen perekat agar menjadi membran padat silika.

Melihat potensi dari silika dan kitosan, kedua material tersebut dapat disintesis menjadi membran sebagai salah satu material yang dapat digunakan dalam proses filtrasi dan manfaat lainnya. Membran komposit kitosan-silika mempunyai prospek yang sangat baik, karena akan berdampak positif pada pengurangan (*filtrasi*) pada logam-logam berat dan dapat pula dijadikan sebagai media untuk dekolonisasi zat warna. Dalam penelitian ini akan dilakukan dekolonisasi zat warna *remazol brilliant blue* menggunakan membran kitosan

yang telah dimodifikasi dengan penambahan silika abu sekam padi. Kitosan digunakan sebagai zat perekat bagi partikel-partikel silika agar menyatu membentuk satu ikatan sehingga dihasilkan suatu membran padat (Handayani, 2009). Di samping itu diamati pula kinerja membran setelah penggunaan secara berulang.

1.1 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh penambahan silika terhadap kapasitas penyerapan air (derajat *swelling*), laju alir (uji fluks), dan gugus fungsi pada membran kitosan?
2. Berapa persen pengurangan konsentrasi zat warna *remazol brilliant blue* dalam proses dekolorisasi menggunakan membran kitosan-silika?
3. Bagaimana kinerja membran kitosan-silika hasil sintesis pada proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* setelah digunakan secara berulang?

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui bagaimana pengaruh penambahan silika terhadap gugus fungsi, kapasitas penyerapan air dan laju alir pada membran kitosan.
2. Mengetahui berapa persen rejeksi zat warna *remazol brilliant blue* dalam proses dekolorisasi menggunakan membran kitosan-silika.

3. Mengetahui kinerja membran kitosan-silika hasil sintesis pada proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* setelah digunakan secara berulang

1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi bagaimana karakteristik membran kitosan dengan adanya pengaruh penambahan silika.
2. Memberikan informasi persen pengurangan konsentrasi zat warna *remazol brilliant blue* dalam proses dekolorisasi menggunakan membran kitosan-silika.
3. Memberikan informasi bagaimana kinerja membran kitosan-silika hasil sintesis pada proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* setelah digunakan secara berulang.
4. Memberikan solusi untuk mengatasi pencemaran lingkungan akibat limbah zat warna salah satunya zat warna *remazol brilliant blue* dengan menggunakan teknologi membran serta memanfaatkan limbah buangan sekam padi untuk disintesis kandungan silikanya.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zat Warna Tekstil *Remazol Brilliant Blue*

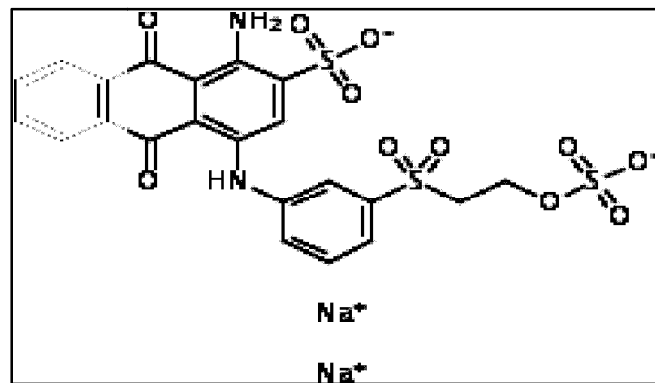
Air merupakan salah satu komponen penting bagi kebutuhan makhluk hidup. Adanya penambahan zat kimia yang tidak diinginkan menyebabkan kualitas air menjadi semakin buruk dan tidak layak digunakan. Zat kimia pencemar lingkungan yang banyak ditemukan saat ini salah satunya penggunaan zat warna tekstil. Zat warna tekstil merupakan salah satu pencemar organik yang bersifat *non biodegradable*. Zat warna tekstil merupakan gabungan dari senyawa organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Senyawa organik tidak jenuh yang dijumpai dalam pembentukan zat warna adalah senyawa aromatik antara lain senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Gugus auksokrom terdiri dari dua golongan yaitu golongan kation: $-\text{NH}_2$; $-\text{NHCH}_3$; $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ dan golongan anion: $-\text{SO}_3\text{H}$; $-\text{OH}$; $-\text{COOH}$ seperti $-\text{O}$; $-\text{SO}_3$ dan lain-lain.

Tabel 2.1. Nama dan Struktur Kimia Gugus Kromofor

Nama Gugus Kromofor	Struktur Kimia
Nitroso	NO atau $-\text{N}-\text{OH}$
Nitro	NO_2 atau $\text{NN}-\text{OOH}$
Grup Azo	$-\text{N}=\text{N}-$
Grup Etilen	$-\text{C}=\text{C}-$
Grup Karbonil	$-\text{C}=\text{O}$
Grup Karbon – Nitrogen	$-\text{C}=\text{NH}$; $\text{CH}=\text{N}-$
Grup Karbon Sulfur	$-\text{C}=\text{S}$; $-\text{C}-\text{S}-\text{SC}-$

(Manurung & Irvan. 2004)

Zat warna *remazol brilliant blue* merupakan zat warna reaktif yang banyak digunakan untuk proses pencelupan tekstil (Indrawati, 2008). Pencelupan tenun kain di Troso Pecangaan Jepara menggunakan zat warna *remazol brilliant blue* ditambah dengan soda kaustik (NaOH) dan natrium hidrosulfit (Na_2HSO_3) dengan pelarut air. Limbah *home industry* tenun kain tidak mengalami pengolahan sehingga langsung dibuang begitu saja. Limbah zat warna *Remazol Brilliant Blue* bersifat karsinogenik yaitu merangsang tumbuhnya kanker, dapat membahayakan bagi kesehatan, mempengaruhi kandungan oksigen dalam air mempengaruhi pH air lingkungan yang menjadikan gangguan bagi mikroorganisme dan hewan air (Nirmasari & Asty, 2008).



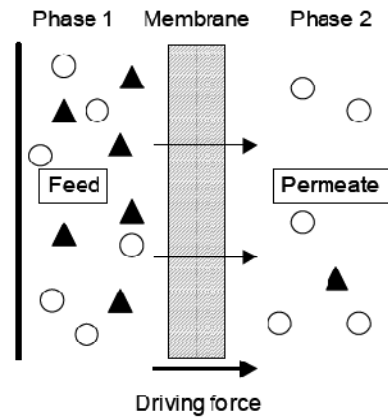
Gambar 2.1 *Remazol Brilliant Blue*

Remazol brilliant blue menimbulkan iritasi kulit, mata dan saluran pernafasan, saluran pencernaan dan berbahaya jika tertelan atau terhirup. Iritasi kulit gejalanya dapat mengalami kemerahan, gatal dan nyeri. Iritasi pada saluran pencernaan gejalanya mual (Mallinckrodt, 2008). Pencemaran lingkungan yang diakibatkan oleh zat warna ini dapat diatasi salah satunya dengan mendekolorisasi limbah zat warna ini. Dekolorisasi merupakan penurunan intensitas zat warna. Penurunan intensitas zat warna ini dapat dilakukan dengan berbagai cara salah

satunya dengan metode filtrasi. Dalam penelitian ini telah dilakukan dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* dengan metode filtrasi menggunakan teknologi membran. Membran yang digunakan disini bertindak sebagai fasa penghalang, sehingga dapat mengurangi intensitas limbah zat warna akibat cemaran zat warna.

2.2 Membran

Secara umum membran didefinisikan sebagai suatu lapisan tipis semipermeabel diantara dua fasa yang berbeda karakter, fasa pertama adalah feed atau larutan pengumpan dan fasa kedua adalah permeat atau hasil pemisahan. Operasi membran dapat diartikan sebagai proses pemisahan dua atau lebih komponen dari aliran fluida melalui suatu membran. Pemisahan dicapai karena membran mempunyai kemampuan untuk melewatkan suatu komponen yang ukurannya lebih kecil dari pori membran, pada fasa umpan lebih baik daripada komponen lain yang ukurannya lebih besar dari pori membran. Membran berfungsi sebagai penghalang (*barrier*) tipis yang sangat selektif diantara dua fasa, yang hanya dapat melewatkan komponen tertentu dan menahan komponen lain dari suatu aliran fluida yang dilewatkan melalui membran. Molekul atau partikel yang dipindahkan melalui membran dari fasa satu ke fasa yang lain disebabkan oleh adanya: gradien temperatur, gradien konsentrasi, gradien tekanan, gradien energi (Handayani, 2009).



Gambar 2.2 Skema Proses Membran

Kinerja membran dapat dilihat dari laju aliran (fluks) dan selektivitasnya. Laju aliran (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 pada rumus 1.

$$J = \frac{V}{A \cdot t} \quad (1)$$

J = fluks ($L/m^2 \cdot jam$)

V = Volume permeat (liter)

A = Luas permukaan membran (m^2)

t = Waktu (jam)

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

Rejeksi (R). Koefisien rejeksi adalah fraksi konsentrasi zat terlarut yang tidak menembus membran, dan dirumuskan pada rumus 2.

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\% \quad (2)$$

R = Koefisien rejeksi

C_p = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat

C_f = Konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Dengan harga R berkisar antara 0 sampai 100. Jika harga R = 100 berarti zat kontaminan ditahan oleh membran secara sempurna.

Menurut Handayani (2009) salah satu karakteristik membran adalah derajat penyerapan airnya. Nilai ini dapat menentukan sifat fisik membran apakah membran tersebut tahan air atau tidak. Sedikit banyaknya air yang diserap mempengaruhi nilai konduktivitas yang dihasilkan yang akan mempengaruhi fungsi membran dalam aplikasinya diantaranya untuk fuel cell, filtrasi, adsorpsi atau aplikasi lainnya. Semakin banyak air yang diserap semakin besar konduktivitas yang dihasilkan. Hal ini terjadi dikarenakan peranan molekul air yang dapat membuat spesi pembawa muatan terdisosiasi dan mempermudah mobilitas spesi tersebut (Record K. A dalam Handayani, 2009). Jika penyerapan air dari membran terlalu tinggi (lebih dari 70%) membran tersebut akan lunak sehingga ketahanan membran tersebut akan berkurang. Menurut Sartika (2008) *swelling* (pengembangan) juga dapat menandakan bahwa terdapat rongga diantara ikatan dalam polimer, yang mana rongga ini dapat mempengaruhi sifat mekanik dari polimer, semakin kecil rongga maka semakin tinggi sifat mekaniknya. Hal ini dapat membuktikan bahwa dengan adanya penambahan silika ke dalam material

membran kitosan dapat meningkatkan permeabilitas membran. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Huang, *et al.*, (2009) yang menyebutkan bahwa *swelling* dari material hibrida akan bertambah dengan bertambahnya konsentrasi TEOS sebagai sumber silika. Hal yang mempengaruhi derajat *swelling* adalah sifat hidrofilik. Menurut Pierog, *et al.*, (2009) salah satu faktor yang mempengaruhi derajat *swelling* adalah hidrofilitas.

Kitosan merupakan salah satu material yang dapat digunakan dalam pembuatan membran. Dalam penelitian ini telah dilakukan pembuatan membran menggunakan kitosan sebagai bahan dasar pembuatan membran. Membran kitosan disintesis dengan cara menambahkan serbuk kitosan dengan pelarut tertentu.

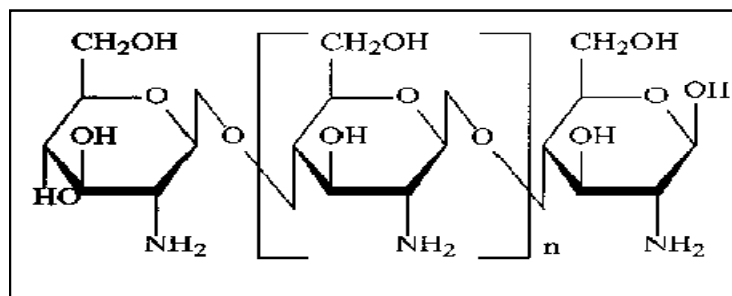
2.3 Kitosan

Kitosan adalah poli-(2-amino-2-deoksi- β (1-4)-D-glukopiranososa) dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$ yang dapat diperoleh dari deasetilasi kitin. Kitosan juga dijumpai secara alamiah di beberapa organisme (Sugita, 2009). Kitosan berbentuk serbuk warna putih, tidak berbau, tidak beracun, tidak larut dalam air, tidak larut dalam basa kuat dan asam sulfat, sedikit larut dalam asam hidroksida dan asam fosfat.

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 (Sugita, 2009).

Kitosan mengandung gugus amina bebas yang memberikan karakteristik sebagai penukar ion. Karakteristik ini menjadikan kitosan dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan membran. Kitosan tidak larut dalam air sehingga perlu digunakan pelarut tertentu untuk melarutkan kitosan. Pelarut yang dapat digunakan salah satunya yaitu larutan asam asetat. Membran yang disintesis dengan menggunakan kitosan saja umumnya kurang mempunyai karakteristik yang baik. Penambahan material tertentu dalam kitosan dapat meningkatkan karakteristik membran tersebut. Penambahan silika dalam biomaterial kitosan dapat meningkatkan permeabilitas terhadap oksigen, *biocompatibility* dan *biodegradability*, serta ketahanan fisik terhadap suhu tinggi.



Gambar 2.3 Kitosan

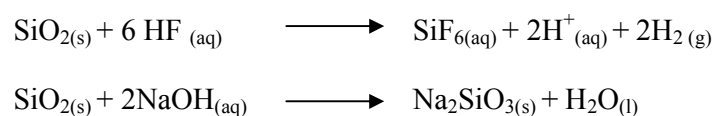
2.4 Silika Abu Sekam Padi

Silika merupakan senyawa anorganik yang banyak terdapat di alam. Sumber silika umumnya dapat diperoleh secara alami maupun sintesis buatan. Sumber silika yang banyak terdapat di alam salah satunya adalah sekam padi. Sekam padi merupakan bagian terluar dari bulir padi. Sekam padi ini menurut

Harsono (2002) mengandung banyak silika. Silika yang diperoleh dari alam umumnya mempunyai kelebihan dan kekurangan. Kelebihan sintesis silika berbahan dasar sumber daya alam yaitu ketersediaan bahan baku yang sangat melimpah, sedangkan kekurangannya yaitu silika yang dihasilkan kemurniannya berkurang. Silika sekam padi ini dapat disintesis dari abu sekam padi. Abu sekam merupakan hasil dekarbonisasi sekam, agar optimal menjadi adsorben perlu dilakukan satu tahap kembali yaitu aktivasi. Proses aktivasi kimia abu sekam padi dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain jenis agen aktivator dan waktu perendaman.

Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO₂ dan H₂O. Abu berwarna keputih-putihan (silika) yang dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi banyaknya adalah 13,1% – 29,04% berat kering (Handayani, 2009). Silika yang terdapat dalam sekam padi adalah dalam bentuk amorf terhidrat. Tapi jika pembakaran dilakukan secara terus menerus pada suhu di atas 650°C akan menaikkan kristalinitasnya dan akhirnya akan terbentuk fasa *cristobalite* dan *tridymite* dari silika sekam padi.

Silika (SiO₂) atau disebut juga silox merupakan senyawa kimia yang berwujud bubuk putih dalam keadaan murninya pada suhu kamar. Silika merupakan senyawa tidak reaktif dan hanya dapat dilarutkan dalam asam fluorida (HF) dan lelehan NaOH menurut reaksi berikut:



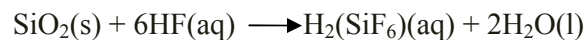
Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya dan aplikasinya sangat luas mulai dari bidang elektronik, mekanik, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni. Sedangkan silika amorf terbentuk ketika silika teroksidasi secara termal. Silika amorf terdapat dalam beberapa bentuk yang tersusun dari partikel-partikel kecil yang kemungkinan ikut terganggu. Biasanya silika amorf mempunyai kerapatan 2,21 g/cm³.

Sifat kimia dari silika (SiO₂):

Sifat Kimia

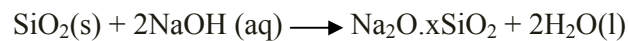
- a. Silika bersifat inert terhadap halogen kecuali Fluorin dan juga inert terhadap semua asam kecuali HF, reaksi dengan HF akan menghasilkan asam silikon heksafluorid.

Reaksi :



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

Reaksi :



Silika yang disintesis dari abu sekam padi memiliki karakteristik yang bermacam-macam tergantung dengan temperatur pada saat sintesis dan pemurnian yang dilakukan. Pemurnian silika sekam padi dapat dilakukan dengan menambahkan asam pekat yang dibantu dengan pemanasan. Karakteristik silika abu sekam padi

dapat diketahui salah satunya menggunakan alat *X-Ray Diffractometer*. Dengan alat ini kristalinitas silika abu sekam padi dapat diketahui.

Pada tahun 2001 Nizami dan Iqbal telah melakukan penelitian untuk menghasilkan silika dari sekam padi. Metode yang digunakan adalah *pyroprocessed* dengan membakar sekam padi didalam *furnace* listrik dengan suhu 500°C selama 8 jam. Abu yang dihasilkan mengandung silika yang cukup tinggi setelah diberi perlakuan menggunakan basa dan pengeringan termal. Pada tahun 2005, Wahab *et al.* melakukan penelitian yang sama dengan cara mencuci sekam padi terlebih dahulu kemudian dikeringkan pada suhu 105°C, selanjutnya sekam padi dengan ukuran yang sama digunakan untuk aktivasi menggunakan asam cuka. Campuran tersebut dikeringkan pada suhu 50°C kemudian sekam padi yang telah kering dipanaskan pada suhu 120°C sampai menjadi abu yang mengandung silika murni. Silika yang dihasilkan lebih murni dibanding dengan metode sebelumnya.

2.5 Dekolorisasi

Dekolorisasi adalah penurunan intensitas warna pada suatu laurtan. Istilah dekolourisasi sangat erat hubungannya dengan adsorpsi karena dekolourisasi termasuk dalam adsorpsi itu sendiri, namun dalam dekolourisasi yang diserap adalah zat warna sedangkan pada adsorpsi lebih cenderung menyerap jenis-jenis logam berat.

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 fase dua dimensi dan biasanya terkonsentrasi pada permukaan atau antar muka (Nurwahyudi, 2006). Hasil dekolonisasi berupa penurunan konsentrasi larutan zat warna dapat diketahui dengan mengukur absorbansi dari larutan zat warna tersebut. Banyaknya sinar yang diserap oleh senyawa berbanding lurus dengan konsentrasinya. Absorbansi larutan dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2.6 Penelitian-penelitian Terkait

Beberapa penelitian yang dilakukan tentang dekolonisasi sebelum ini diantaranya dekolonisasi menggunakan membran silika dengan variasi massa PEG pada limbah cair batik (Rini, *et al.*, 2007). Penelitian lain dilakukan oleh Ningrum, *et al.* (2007) dengan menggunakan karbon aktif dalam proses dekolonisasi *remazol brilliant blue*, dari penelitian ini diketahui bahwa dengan menggunakan karbon aktif maka zat warna dapat terserap sebesar 40%. Penelitian lain dilakukan oleh Yassin, *et al.* (2007) menggunakan karbon aktif sekam padi untuk menurunkan intensitas zat warna *methylene blue* yang memberikan hasil penurunan intensitas zat warna sebesar 50%. Suwarsa (2009) menggunakan jerami padi untuk penyerapan zat warna tekstil BR Red HE 7B. Widjanarko (2006) melakukan penelitian tentang kinetika adsorpsi zat warna *Congo Red* dan *Rhodamine B* dengan menggunakan ampas tebu dan serabut kelapa.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Kegiatan penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang. Karakterisasi membran menggunakan Spektrofotometer Inframerah Transformasi Fourier (FTIR), *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan analisis kandungan silika menggunakan *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS) dilakukan di UGM Yogyakarta, dan untuk karakterisasi permukaan membran *Digital CCD Microscope MS-804* dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Semarang.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yang digunakan dalam sintesis membran kitosan-silika adalah komposisi silika yang ditambahkan pada membran kitosan.

3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah karakteristik membran kitosan-silika dan konsentrasi zat warna *Remazol Brilliant Blue* hasil dekolorisasi.

3.2.3 Variabel Terkendali

Pada saat sintesis membran kitosan-silika: suhu, volume, dan konsentrasi pelarut yaitu asam asetat. Dan pada saat aplikasi: suhu, volume dan pH.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Alat dan Bahan

3.3.1.1 *Alat-alat Penelitian*

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, neraca analitik AND GR-200, oven Precision GCA Corp, *Tube furnace* 79400, *hot plate stirrer*, pompa vakum, dan untuk analisis dan pengujian digunakan Shimadzu XRD-7000 *X-Ray Diffractometer*, Spektrofotometer UV-Vis 1240 Shimadzu, spektrometer FT-IR (Shimadzu-8201PC), AAS Perkin Elmer Analyst-100, *Digital CCD Microscope MS-804*.

3.3.1.2 *Bahan-bahan Penelitian*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan, sekam padi, akuades, HCl kadar 36 % rapatan 1,19 g/cm³ BM 36,453 (*E.Merck*), NaOH kadar 96% rapatan 2,13 g/cm³ BM 39,99717 (*E.Merck*), zat warna *Remazol Brilliant Blue*, CH₃COOH kadar 100% rapatan 1,05 g/cm³ BM 60,05 (*E.Merck*).

3.3.2 **Prosedur Kerja**

3.3.2.1 *Pembuatan Silika Sekam Padi*****

Preparasi dilakukan dengan cara mencuci sekam padi menggunakan air bersih secara berulang hingga diperoleh sekam padi yang bersih. Pada tahap pencucian terakhir, sekam padi dibilas menggunakan akuades. Pencucian menggunakan akuades bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang kemungkinan masih terdapat dalam sekam padi setelah dicuci menggunakan air bersih biasa. Sekam padi hasil pencucian kemudian dikeringkan. Pengeringan dilakukan dibawah bantuan sinar matahari. Pengeringan dengan cara ini lebih efektif dibandingkan dengan menggunakan oven. Pengeringan melalui penjemuran dengan sinar matahari menyebabkan penyebaran panas ke dalam sekam padi berlangsung secara bertahap dan menyeluruh sehingga penyerapan air ke udara lebih merata. Pengeringan ini bertujuan untuk mengeliminasi kandungan air dalam sekam padi dengan cara menguapkan molekul air dari permukaan sekam.

Sekam padi yang telah kering kemudian dilakukan pengabuan pada suhu 600°C menghasilkan abu sekam padi berwarna putih bersih. Warna putih bersih pada abu sekam padi ini menunjukkan tidak ada kandungan karbon dalam abu sekam padi. Setelah dihasilkan abu dilanjutkan dengan proses pemurnian menggunakan asam yang disebut dengan proses pengasaman.

Pemurnian dalam kondisi asam bertujuan untuk mengeliminasi kandungan logam dan non logam yang terkandung dalam abu sekam padi. Asam yang digunakan untuk proses pemurnian adalah asam klorida (HCl)

37%. Hasil dari proses pengasaman ini kemudian dipanaskan menggunakan *furnace* pada suhu 600°C. Proses pemanasan dilakukan untuk mempermudah reaksi penguraian dan pelepasan oksida logam dan nonlogam. Suhu yang tinggi akan memberikan tambahan energi pada abu sekam untuk memutuskan ikatan antar atom-atom pembangun unsur dan molekul. Konsentrasi asam yang digunakan juga mempengaruhi kandungan silika hasil sintesis. Pada proses pemurnian ini menggunakan asam klorida dengan konsentrasi tinggi yaitu 37%. Menurut Handayani (2009) konsentrasi asam yang lebih tinggi menyebabkan semakin banyak impuritas yang dieliminasi sehingga silika yang dihasilkan lebih murni.

3.3.2.2 *Pembuatan Natrium Silikat (Na₂SiO₃)*

Pembuatan natrium silikat dari abu sekam padi didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Rasy D. M. *et al.* (2010). Abu sekam padi hasil sintesis terlebih dahulu dihaluskan untuk menghomogenkan ukuran dan memperluas permukaan agar pencucian yang dilakukan pada tahap berikutnya lebih efektif. Sebanyak 20 gram silika abu sekam padi yang telah dimurnikan ditambahkan dengan 158 mL ± 0,03 NaOH 4 M (stoikiometri). Proses pelarutan ini dilakukan di atas *hotplate stirrer* dan proses pelarutan ini dihentikan ketika larutan mendidih dan mengental. Selanjutnya larutan yang telah mengental dituang ke dalam cawan porselen dan dilakukan peleburan dalam *furnace* pada suhu 500°C selama 30 menit.

Padatan natrium silikat yang terbentuk dilarutkan dalam 200 mL ± 0,15 akuades, dibiarkan semalam, kemudian disaring untuk memisahkan bagian

yang tidak larut. Filtrat yang dihasilkan merupakan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) yang siap untuk digunakan sebagai prekursor silika dalam pembuatan membran kitosan-silika (Rasy D.M., *et al.*, 2010).

3.3.2.3 Pembuatan Larutan Kitosan

Sebanyak 2 gram kitosan kering dilarutkan kedalam 100 mL \pm 0,1 asam asetat 2% v/v. Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam sampai larut. Agar diperoleh hasil campuran yang homogen pada saat pengadukan digunakan metode sonikasi untuk melarutkan kitosan dalam asam asetat. Kitosan dan asam asetat disonikasi dalam erlenmeyer selama 1 jam dengan alat *ultrasonic* (Handayani, 2009).

3.3.2.4 Pembuatan Membran Kitosan-Silika

Pembuatan membran kitosan-silika dilakukan dengan cara menambahkan silika dalam bentuk prekursor natrium silikat ke dalam larutan kitosan 2% (b/v). Teknik pembuatan membran yang dilakukan ini merupakan teknik inversi fasa dimana proses transformasi polimer dari fasa cair ke fasa padat dapat dikendalikan. Setelah campuran homogen, kemudian dilakukan pencetakan.

Langkah selanjutnya dalam pembuatan membran kitosan-silika adalah dengan mencampurkan larutan kitosan dengan larutan natrium silikat sebagai prekursor sumber silika. Penambahan natrium silikat kedalam larutan kitosan bertujuan membentuk porogen pada membran serta meningkatkan kinerja. Larutan natrium silikat yang ditambahkan mengacu pada penelitian

yang dilakukan oleh Arifiani (2012) yang menggunakan TEOS sebagai sumber silika. Perbandingan kitosan dan silika yang digunakan pada penelitian ini yaitu 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; dan 1:2 (v/v). Campuran ini kemudian disonikasi menggunakan alat ultrasonik. Sonikasi ini bertujuan untuk menghomogenkan campuran kitosan dan silika yang telah dicampurkan. Menurut Handayani (2009), sonikasi akan menghasilkan membran dengan homogenitas yang lebih baik.

Campuran kitosan-silika yang telah homogen kemudian dicetak menggunakan cetakan berbahan PET dengan luas (268 x 220) mm². Pada proses pencetakan membran kitosan-silika sangat dianjurkan untuk menghindari penggunaan bahan gelas maupun kaca sebagai media cetak, hal ini dilakukan untuk menghindari adanya interaksi antara silika dengan media cetakan. Sebanyak 100 mL ± 0,1 campuran kitosan-silika dituang ke dalam cetakan kemudian diratakan sampai permukaan cetakan terlapisi dengan baik. Volume campuran larutan kitosan dan larutan natrium silikat diseragamkan agar diperoleh membran dengan ketebalan yang sama. Campuran dicetak dan dikeringkan pada suhu kamar selama satu minggu. Pada proses pengeringan ini temperatur udara sekitar ruangan sangat berpengaruh dalam proses pengeringan. Pada proses pengeringan membran kitosan-silika, pelarut menguap secara perlahan sehingga terjadi gelatinisasi pada membran. Udara yang lembab menyebabkan proses pengeringan yang dilakukan membutuhkan waktu yang lebih lama. Membran yang telah kering membuktikan bahwa

proses gelatinisasi telah berakhir dan pelarut menguap sempurna (Nadarajah, 2005).

Membran kitosan-silika hasil sintesis ini masih bersifat asam, sehingga perlu dilakukan proses netralisasi menggunakan larutan basa. Membran kitosan-silika yang telah kering direndam menggunakan larutan NaOH 5%. Perendaman menggunakan NaOH ini selain bertujuan agar diperoleh membran dengan pH netral, juga bertujuan untuk mengkoagulasikan membran kitosan-silika agar diperoleh membran yang lebih stabil. Setelah perendaman dengan larutan NaOH, membran dicuci dengan akuades hingga netral.

3.3.2.5 Uji Swelling

Uji *swelling* digunakan untuk mengetahui berapa kapasitas membran menyerap air. Uji ini dilakukan dengan cara membran kitosan-silika hasil sintesis ditimbang didapatkan massa awal membran (W_d) kemudian membran direndam dalam akuades dan ditimbang sampai diperoleh berat konstan didapatkan massa akhir membran (W_s).

3.3.2.6 Penentuan Fluks Membran

Uji fluks dilakukan untuk mengetahui volum permeat yang melewati suatu membran pada waktu tertentu dengan adanya daya dorong atau tekanan, uji fluks juga dapat menentukan seberapa kuat membran dapat dilewati 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. Kemudian membran diletakkan pada alat uji , pengukuran fluks dilakukan dengan cara menampung permeat yang keluar melalui membran tiap 10 menit. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing membran.

3.3.2.7 Pembuatan Larutan Induk Remazol Brilliant Blue 100 ppm

Pembuatan larutan induk *remazol brilliant blue* dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 1 gram *remazol brilliant blue* kemudian diencerkan kedalam labu takar 1000 mL \pm 0,4 sampai tanda batas menggunakan akuades.

3.3.2.8 Penentuan panjang gelombang maksimum larutan zat warna *remazol brilliant blue*

Penentuan panjang gelombang maksimum larutan zat warna *remazol brilliant blue* dilakukan dengan cara membuat larutan zat warna dengan cara memipet 40 mL larutan zat warna 100 ppm dan diencerkan hingga volume 100 mL \pm 0,1 diperoleh larutan zat warna 40 ppm. Larutan tersebut diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 430-650 nm. Panjang gelombang maksimum dicari pada masing-masing kondisi pH yang dilakukan. Hal ini dilakukan karena pada pH tertentu larutan zat warna memiliki panjang gelombang maksimum yang berbeda.

3.3.2.9 Pembuatan kurva kalibrasi larutan standar zat warna Remazol brilliant blue

Pembuatan kurva kalibrasi larutan zat warna dilakukan dengan cara Membuat larutan zat warna dengan cara mengencerkan larutan induk 1000 ppm menjadi konsentrasi 0, 5, 10, 20, 40, 50, dan 75 ppm dengan cara. Larutan tersebut diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Data yang diperoleh berupa plotting antara konsentrasi dan absorbansi yang kemudian dibuat grafik. Pada penentuan pH optimum data kalibrasi dibuat untuk masing-masing kondisi pH.

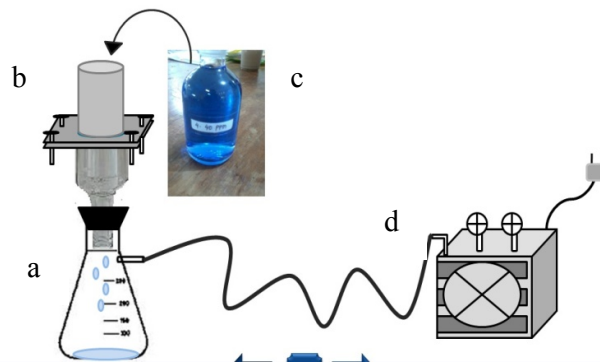
3.3.2.10 Optimasi pH dan selektivitas membran kitosan-silika terhadap proses dekolorisasi zat warna Remazol Brilliant Blue pada pH optimum

Tujuan dilakukan optimasi pH larutan zat warna adalah karena pH dapat mempengaruhi gugus fungsi yang berperan aktif dalam proses penurunan kadar zat warna (Wiharadikusumah, 2001). Variasi pH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 4 sampai 9. Variasi ini diaplikasikan pada semua membran yang disintesis yaitu membran 1:0, 1:0.5, 1:1, 1:1.5, dan 1:2 (v/v). Sebanyak 25 mL \pm 0,03 larutan zat warna 40 ppm ditambah dengan HCl dan NaOH masing-masing 0,01 M untuk memperoleh kondisi pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9. Larutan tersebut dialirkan pada membran kitosan-silika dengan metode *Dead-end*. Filtrat yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh konsentrasinya.

3.3.2.11 Penentuan Kinerja Membran Setelah Digunakan Secara Berulang

Membran yang telah digunakan untuk aplikasi digunakan kembali untuk proses dekolorisasi larutan zat warna *remazol brilliant blue* dengan konsentrasi yang sama. Sebelum digunakan untuk proses pengulangan, terlebih dahulu membran dicuci menggunakan akuades dan direndam menggunakan larutan NaOH 5%. Tahap ini dilakukan untuk membersihkan membran dari pengotor serta membuka pori membran kembali. Proses pengulangan dilakukan sampai persen pengurangan konsentrasi zat warna didapatkan hasil yang berbeda secara signifikan. Dari data tersebut dapat disimpulkan bagaimana kinerja membran yang digunakan secara berulang untuk proses dekolorisasi.

3.3.2.12 Gambar Alat Kerja Pada Proses Dekolorisasi



Gambar 3.1. Gambar Alat Kerja Pada Proses Dekolorisasi

Keterangan:

- a : Erlenmeyer sebagai tempat permeat
- b : Tempat larutan umpan (filtrat)
- c : Larutan umpan
- d : Pompa vakum dengan tekanan 12 mmHg.

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Silika Abu Sekam Padi

Sekam padi yang telah disintesis dihitung rendemen yang dihasilkan. Rendemen yang dimaksud adalah banyaknya silika yang dihasilkan dari sekam padi. Data yang diperoleh untuk perhitungan rendemen silika abu sekam padi disajikan pada Tabel 4.1.

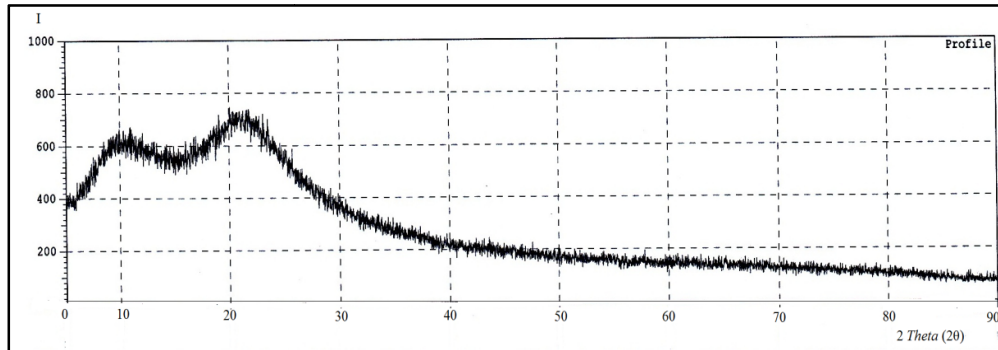
Tabel 4.1 Data Hasil Rendemen Silika Abu Sekam Padi

Massa Arang Sekam Padi (gram)	Massa Abu Sekam Padi (gram)	Kadar Abu Sekam Padi (%)
180,012	90,6482	49,6432
250,009	122,016	51,1954
250,016	119,308	52,2798
Kadar rata-rata silika abu sekam padi		51,0395 %

Hasil rendemen tersebut digunakan untuk mengetahui kadar abu sekam padi yang dihasilkan dari tiga kali pembuatan. Dari Tabel 4.1 adanya pengurangan massa sekam padi menjadi abu sekam padi dikarenakan adanya proses pembakaran pada suhu tinggi. Pembakaran pada suhu tinggi ini mengakibatkan kandungan sekam padi yang berupa senyawa organik hilang dan berubah menjadi CO₂ dan H₂O. Dari data tersebut dapat disimpulkan, kadar silika abu sekam padi rata-rata sebesar 51,0367%.

Hasil analisis kristalinitas menggunakan XRD merupakan data difraktogram yang *discaning* pada daerah pengamatan 5-90 derajat. Data yang diperoleh berupa jarak antar bidang, intensitas dan besar sudut (2θ). Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan data pola difraksi sinar-X JCPDS (*Joint*

Committee for Powder Diffraction Standard) dan hasil penelitian lain sehingga senyawa yang terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi. Hasil analisis menggunakan XRD menghasilkan difraktogram yang dipaparkan pada Gambar 4.1..



Gambar 4.1. Hasil Difraktogram Silika Abu Sekam Padi

Pada Gambar 4.1 muncul puncak tajam pada $2\theta = 21,7200$; $2\theta = 20,880$; $2\theta = 22,5200$. Puncak tajam tersebut menunjukkan bahwa silika abu sekam padi berhasil disintesis. Pola difraksi untuk silika menunjukkan pola difraktogram yang tidak meruncing tajam dengan pusat puncak $2\theta = 22,5200$. Bentuk puncak yang melebar dengan pusat puncak sekitar $2\theta = 22$ menunjukkan bahwa silika yang terbentuk memiliki fasa amorf. Hal tersebut ditunjukkan dengan bentuk puncak pada hasil difraktogram yang tidak tajam dengan intensitas tidak terlalu tinggi (Intensitas <100). Pola silika yang muncul pada $2\theta = 20 - 27^\circ$ menunjukkan pola difraksi silika dengan fasa amorf terhidrat (Tse, J.S *et al.* dalam Hanafi, A. 2010). Dalam silika amorf penyusunan atom terjadi secara acak atau dengan derajat keteraturan yang rendah (Handayani, 2009). Silika dalam fasa amorf lebih mudah larut jika dibandingkan dengan fasa kristalin (Barrer dalam Nur, 2001). Silika dalam fasa amorf ini lebih disukai karena lebih mudah larut sehingga mendukung

dalam pembuatan material berbasis silika dalam hal ini adalah natrium silikat. Hasil perbandingan menggunakan data JCPDS memberikan hasil yang sesuai dengan data JCPDS nomor 39-142. Dari data JCPDS tersebut dapat disimpulkan bahwa silika abu sekam padi berhasil disintesis. Data JCPDS nomor 39-1425 dapat dilihat pada lampiran 5.

4.1.1 Pembuatan Natrium Silikat

Hasil analisis kandungan silika merupakan data yang menunjukkan banyaknya silika yang terkandung dalam natrium silikat. Kandungan silika dalam natrium silikat dianalisis menggunakan AAS. Hasil analisis kadar silika dalam natrium silikat disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Analisis Kadar Silika

Sampel	Parameter	Hasil Pengukuran (%)		
		I	II	III
Natrium	Si	3,1426	3,1127	3,1725
Silikat	SiO ₂	6,7220	6,6581	6,7860

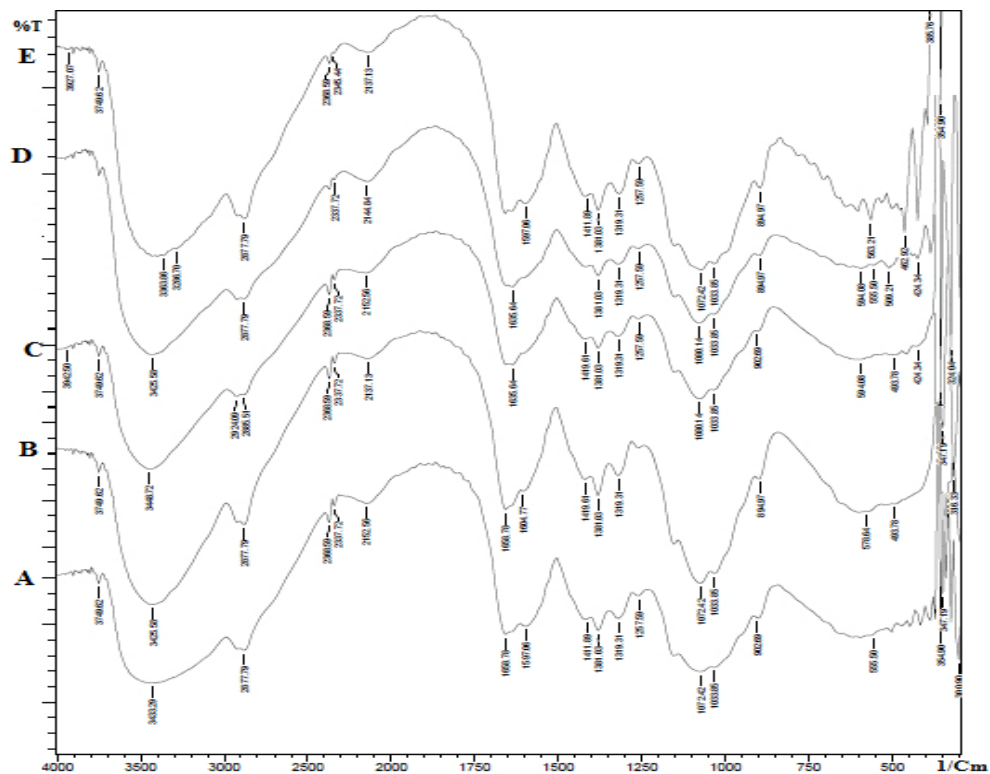
Dari hasil analisis tersebut dihitung kadar silika dalam natrium silikat yang dihasilkan sebanyak 200 mL \pm 0,15. Dari hasil perhitungan diperoleh kadar silika sebesar 69,525%. Kadar silika tersebut cukup tinggi untuk dijadikan sebagai prekursor silika pada proses pembuatan membran kitosan-silika (Hanafi, 2010). Kandungan silika yang cukup tinggi akan memberikan pengaruh terhadap karakteristik membran yang disintesis (Handayani, 2009). Dari analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa natrium silikat yang disintesis memiliki kandungan silika yang memenuhi syarat untuk dijadikan sebagai prekursor silika. Silika yang terkandung ini diharapkan dapat meningkatkan karakteristik membran kitosan-silika berupa gugus fungsi, kapasitas penyerpan air dan permeabilitas membran.

4.2 Karakterisasi Membran Kitosan-Silika

Dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap membran hasil sintesis. Karakterisasi yang dilakukan meliputi, gugus fungsi menggunakan FTIR, kapasitas penyerapan air (uji *swelling*), kemampuan membran dalam melewati filtrat (uji fluks).

4.2.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Membran Kitosan-Silika

Analisis menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi membran kitosan dengan adanya penambahan silika abu sekam padi. Spektra FTIR gabungan membran kitosan-silika ditunjukkan dengan Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Spektra FTIR gabungan membran (A) membran kitosan; (B) membran kitosan-silika 1:0.5; (C) membran kitosan-silika 1:1; (D) membran kitosan 1:1.5; (E) membran kitosan-silika 1:2.

Dari spektra FTIR gabungan membran yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 dilakukan analisis gugus fungsi pada membran kitosan-silika. Hasil analisis gugus fungsi yang diperoleh dari Gambar 4.2, dipaparkan melalui Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil Analisis Gugus Fungsi Membran Kitosan-Silika

Jenis serapan	Bilangan gelombang yang diperoleh (cm^{-1}) dalam membran kitosan-silika:				
	1:0	1:0.5	1:1	1:1.5	1:2
Si-O-C	-	-	594,08	594,08	563,21
Si-OH	-	-	902,69	894,97	894,97
Uluran Si-O-Si	-	1072,42	1080,14	1080,14	1072,42
Tekukan C-H	1381,03	1381,03	1381,03	1381,03	1381,03
Tekukan CH_2	1411,89	1419,61	1419,61	-	1411,89
CO-NH ₂	1658,78	1658,78	1635,64	1635,64	-
Uluran CH	2877,79	2877,79	2885,51	2877,79	2877,79
Uluran OH	3433,29	3425,58	3448,72	3425,58	-
NH ₃ ⁺	-	-	-	-	-

Tabel 4.3 menunjukkan adanya serapan baru dalam membran kitosan-silika pada bilangan gelombang 1072,42; 1080,14; 1080,14; 1072,42 cm^{-1} . Serapan lebar pada daerah 1000-1250 cm^{-1} merupakan serapan yang diidentifikasi dari vibrasi ulur simetri –Si-O dari –Si-O-Si (Arifiani, 2012). Serapan baru juga muncul pada panjang gelombang 902,69; 894,97; 894,97 cm^{-1} . Serapan yang berupa tekukan pada daerah 900-1000 cm^{-1} mengindikasikan vibrasi ulur simetri dari –Si-OH (Lee, J., *et al*, 2009; Arifiani, 2012). Dari data yang diperoleh muncul pula serapan pada panjang gelombang 594,08; 594,08; 563,21 cm^{-1} . Serapan ini mengidentifikasi vibrasi ulur simetri dari –Si-O dari –Si-O-C. Serapan lebar pada daerah 500-700 cm^{-1} dengan ciri khas tekukan yang tidak terlalu tajam merupakan serapan yang mengindikasikan vibrasi ulur simetri dari –Si-O dari –Si-O-C (Handayani, 2009). Dari serapan –Si-O-C dapat diidentifikasi bahwa silika yang ditambahkan telah berinteraksi dengan

kitosan. Uluran $-Si-OH$ menunjukkan adanya ikatan hidrogen gugus silanol dari jaringan silika dengan gugus amida ataupun gugus oksida dalam kitosan (Handayani, 2009).

Pada Tabel 4.3 tidak muncul uluran pada bilangan gelombang 1520-1600 cm^{-1} yang merupakan uluran dari gugus $-NH_3^+$ mengidentifikasi adanya kemungkinan silika terikat pada gugus amida ini serta adanya proses koagulasi. Interaksi silika dalam membran kitosan-silika dapat pula dilihat dari menurunnya intensitas uluran $-N-H$ di daerah 3270-3290 cm^{-1} yang bertumpang tindih dengan serapan $-OH$. Hal ini disebabkan gugus $-N-H$ berikatan dengan silika (Handayani, 2009). Terjadinya interaksi antara silika dengan kitosan ini menyebabkan adanya pembukaan rongga atau celah sehingga menjadikan membran hasil sintesis tersebut memiliki pori. Pori yang terbentuk dalam membran ini dapat dimanfaatkan sebagai media untuk memisahkan antara dua atau lebih molekul yang bercampur (Arifiani, 2012).

4.2.2 Kapasitas Penyerapan Air (*Swelling*) oleh Membran Kitosan-Silika

Data yang diperoleh dari hasil perhitungan kapasitas penyerapan air disajikan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Hasil Perhitungan Kapasitas Penyerapan Air

Membran Kitosan : Silika	Derajat <i>Swelling</i> (%)
1 : 0	45,538
1 : 0,5	50,133
1 : 1	53,486
1 : 1,5	54,179
1 : 2	54,936

Tabel 4.4 menunjukkan adanya peningkatan derajat *swelling* oleh membran kitosan-silika dengan pola peningkatan yang tidak memiliki keteraturan. Dari data yang diperoleh dapat dilihat nilai derajat *swelling* membran kitosan-silika 1:1,5 dan 1:2 tidak mengalami kenaikan yang signifikan. Kenaikan yang tidak signifikan ini kemungkinan terjadi karena kapasitas optimal membran kitosan-silika hasil sintesis hanya sebesar 54,936%. Kombinasi silika dalam membran kitosan meningkatkan derajat *swelling* dari membran tersebut. Derajat *swelling* dari material hibrida akan bertambah dengan adanya massa silika yang ditambahkan dalam hal ini adalah natrium silikat sebagai sumber silika (Handayani, 2009). Hal yang mempengaruhi derajat *swelling* membran kitosan adalah sifat hidrofilik Pierog, *et al.* (2009). Pada umumnya membran dengan bahan dasar kitosan memiliki sifat hidrofilitas yang tinggi. Hal ini dimungkinkan karena adanya gugus fungsi aktif yang terdapat dalam kitosan seperti gugus $-OH$ dan $-HH_3^+$ yang dapat mengadakan ikatan dengan molekul H_2O . Sifat hidrofilitas dari membran kitosan-silika inilah yang memungkinkan untuk dimanfaatkan sebagai media filtrasi pada proses dekolorisasi.

Dari analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa membran kitosan-silika 1:2 memiliki kapasitas penyerapan air yang paling tinggi dibandingkan dengan membran yang lain. Hal ini mengidentifikasikan bahwa membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran yang paling hidrofilik. Dengan adanya sifat membran ini membuktikan bahwa membran kitosan-silika hasil sintesis dapat digunakan untuk proses dekolorisasi.

4.2.3 Permeabilitas Membran Kitosan-Silika

Hasil pengukuran permeabilitas membran kitosan-silika disajikan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Hasil Perhitungan Permeabilitas Membran

Membran Kitosan : Silika	Fluks (L/m ² .jam)
1 : 0	30,466
1 : 0,5	34,818
1 : 1	39,169
1 : 1,5	43,760
1 : 2	50,626

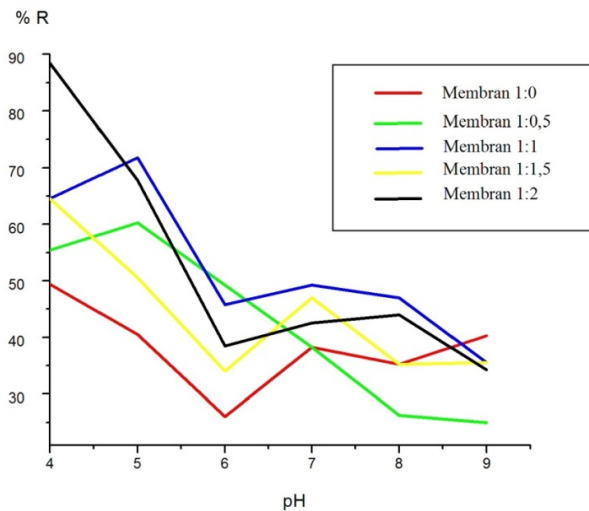
Tabel 4.5 menunjukkan adanya penambahan nilai fluks seiring dengan adanya massa silika yang ditambahkan. Silika yang ditambahkan ini memberikan pengaruh terhadap struktur dari kitosan. Membran kitosan-silika 1:2 memiliki nilai fluks yang paling besar dibanding membran yang lain. Hal ini dimungkinkan karena adanya penambahan silika yang cukup banyak sehingga membentuk struktur membran yang bercelah. Celah membran yang terbentuk mengakibatkan permeat dapat melewati membran dengan cepat. Kecepatan permeat inilah yang menjadikan nilai permeabilitas membran semakin meningkat. Tetapi apabila nilai permeabilitas membran terlalu besar >75 L/m².jam membran tersebut kurang baik untuk digunakan sebagai media untuk filtrasi (Handayani, 2009). Hal ini dikarenakan membran dengan nilai permeabilitas terlalu besar tidak dapat bekerja menahan spesi yang tidak diinginkan. Nilai fluks sebanding dengan nilai permeabilitas suatu membran, dengan demikian membran kitosan-silika 1:2 memiliki nilai permeabilitas yang paling tinggi dibandingkan yang lain. Penambahan material anorganik dalam membran kitosan dapat meningkatkan permeabilitas membran tersebut.

4.3 Aplikasi Membran Kitosan-Silika Untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna

Membran kitosan-silika yang telah disintesis digunakan untuk proses dekolourisasi zat warna sebagai umpan yang dilewatkan melalui membran kitosan-silika. Zat yang telah melewati membran disebut dengan permeat. Larutan umpan dianalisis konsentrasinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis 1240 Shimadzu.

4.3.1 Penentuan pH Maksimum

Telah dilakukan penentuan pH maksimum untuk proses dekolourisasi pada kondisi pH 4-9. Pengaruh pH terhadap koefisien rejeksi zat warna dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Grafik Pengaruh pH Terhadap Koefisien Rejeksi

Dari Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa pH 4 merupakan pH optimal untuk proses dekolourisasi zat warna *remazol brilliant blue* dengan menggunakan membran kitosan-silika yang dibuat. Pada proses dekolourisasi terjadi proses

filtrasi dan memungkinkan juga terjadi adsorpsi. Kemungkinan mekanisme adsorpsi yang terjadi antara membran kitosan-silika dan zat warna melibatkan gugus $-NH_2$ yang dimiliki oleh kitosan akan berubah menjadi $-NH_3^+$ dalam suasana asam. Selama proses adsorpsi protonasi gugus $-NH_2$ diperlukan untuk terjadinya interaksi dengan molekul zat warna yang bermuatan negatif (Chatterjee *et al.*,2009). Pada pH larutan *remazol brilliant blue* antara 4-9 sebagai umpan, koefisien rejeksi membran kitosan-silika mencapai hasil terbaik pada saat pH RBB 4. Gugus $-NH_3^+$ dalam suasana asam bersifat polikation, sehingga ketika berinteraksi dengan larutan zat warna *remazol brilliant blue* dapat terjadi ikatan. Secara umum mekanisme filtrasi membran menunjukkan selektivitas dari membran tersebut. Selektivitas suatu membran merupakan ukuran kemampuan membran dalam menahan suatu spesi dalam hal ini adalah molekul zat warna dan melewatkan spesi yang lain yaitu air. Selektivitas membran bergantung pada interaksi antarmuka dengan spesi yang akan melewati serta ukuran pori dari membran tersebut. Dalam hal ini membran kitosan-silika 1:2 memiliki pori yang lebih banyak dibandingkan membran yang lain sehingga memiliki situs aktif yang lebih banyak. Situs aktif pada membran yang lebih banyak memungkinkan untuk terjadinya interaksi antarmuka antara molekul zat warna dengan membran kitosan-silika.

4.3.2 Pengaruh Penambahan Silika pada Membran Kitosan-Silika Untuk Proses Dekolorisasi Zat Warna

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan koefisien rejeksi pada masing-masing membran seiring dengan bertambahnya pH larutan zat warna. Pada pH 4 diperoleh hasil koefisien rejeksi yang paling besar dengan adanya penurunan konsentrasi yang cukup besar untuk masing-masing membran kitosan-silika hasil sintesis. Penurunan konsentrasi setelah permeat melewati membran menunjukkan bahwa membran telah berhasil melakukan dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue*. Persentase penurunan konsentrasi larutan zat warna diperoleh melalui perhitungan koefisien rejeksi. Koefisien rejeksi merupakan fraksi konsentrasi zat terlarut yang tidak dapat menembus membran. Koefisien rejeksi menunjukkan selektivitas membran yang dilambangkan dengan R . Harga R semakin besar maka membran akan semakin selektif karena banyak fraksi zat terlarut yang tidak menembus membran.

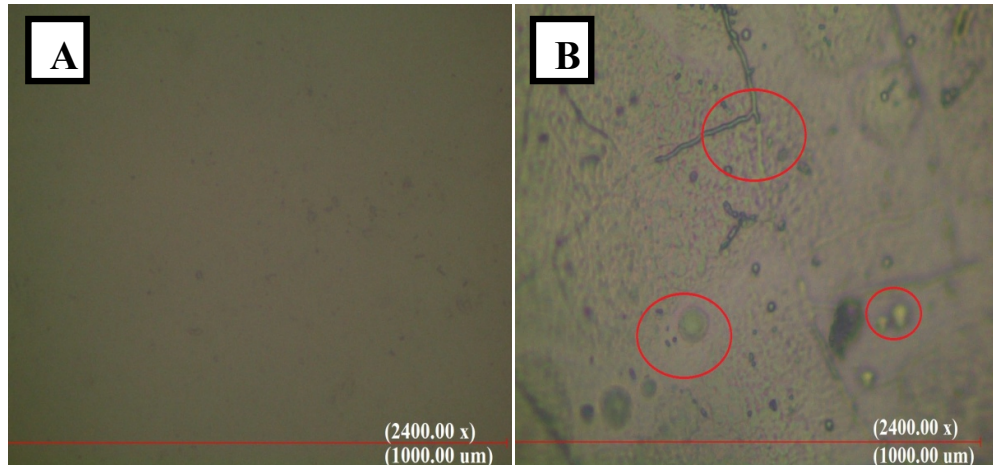
Data Gambar 4.3 menunjukkan bahwa koefisien rejeksi membran pada pH 4 semakin besar seiring dengan bertambahnya massa silika yang ditambahkan pada membran. Hal ini sesuai dengan hipotesis bahwa penambahan silika akan semakin membuka pori-pori membran sehingga akan semakin banyak molekul zat warna yang terperangkap dalam membran karena semakin terbentuk struktur jala berupa rongga-rongga yang membuat molekul zat warna tertahan dalam membran. Penambahan silika juga berfungsi untuk menambah kestabilan membran karena jika kitosan berikatan dengan silika akan menghasilkan ikatan yang lebih kuat sehingga situs aktif yang dihasilkan akan semakin stabil karena

matriks kitosan-silika yang dihasilkan lebih teratur (Arifiani, 2012). Variasi massa silika abu sekam padi yang ditambahkan berfungsi untuk mengetahui membran yang optimal untuk proses dekolorisasi larutan zat warna.

Gugus $-NH_2$ dan $-OH$ yang terdapat dalam kitosan merupakan gugus yang bersifat basa, sehingga ketika kontak dengan larutan zat warna yang memiliki derajat keasaman 4 memiliki kecenderungan untuk berikatan. Sementara itu, gugus $-Si-O-Si$ dan $-Si-O-R$ dari silika memiliki kecenderungan untuk berikatan dengan gugus aktif baik yang dimiliki oleh kitosan dan larutan zat warna.

Membran kitosan-silika yang paling efektif untuk proses dekolorisasi terlihat pada komposisi kitosan-silika 1:2 terhadap larutan zat warna pada pH 4. Dilihat dari hasil uji swelling membran kitosan-silika 1:2 memiliki derajat swelling yang paling besar, sehingga memungkinkan zat warna lebih banyak diserap membran. Sedangkan untuk uji fluks membran kitosan-silika 1:2 memiliki nilai fluks yang paling tinggi dibandingkan dengan membran lainnya. Semakin besar fluks berarti pori dalam membran tersebut juga semakin besar. Hal ini sesuai dengan hipotesis bahwa penambahan silika akan semakin membuka pori membran sehingga akan semakin banyak molekul zat warna yang terperangkap dalam membran karena semakin terbentuk struktur jala berupa rongga-rongga yang membuat molekul zat warna tertahan dalam membran. Membran dengan komposisi terbaik ini kemudian dikarakterisasi morfologi permukaannya menggunakan *Digital CCD Microscope MS-804*. Analisis ini digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari membran kitosan-silika. Analisis dilakukan

pada membran kitosan dan membran kitosan-silika 1:2. Morfologi permukaan membran kitosan dan kitosan-silika 1:2 dilakukan pada perbesaran 400 kali, dan 2400 kali. Morfologi permukaan membran kitosan dan kitosan-silika 1:2 dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4. (a) Permukaan membran kitosan perbesaran 2400 kali; (b) Permukaan membran kitosan-silika 1:2 perbesaran 2400 kali

Gambar 4.4 merupakan permukaan membran kitosan. Pada permukaan membran kitosan menunjukkan morfologi membran yang halus dan tidak terdapat gumpalan maupun cekungan. Pada membran kitosan tidak terlihat rengkahan atau celah yang besar seperti pada membran kitosan-silika 1:2 yang ditunjukkan oleh lingkaran pada Gambar 4.4.

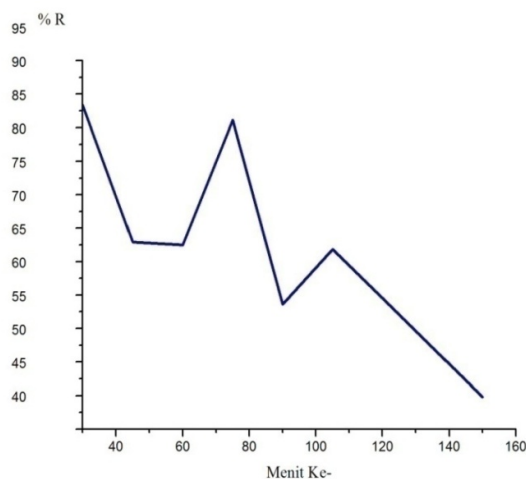
Permukaan membran kitosan-silika 1:2 memiliki permukaan yang kasar dan tidak homogen. Pada permukaan membran kitosan-silika 1:2 ditemukan gumpalan-gumpalan dan cekungan akibat adanya penambahan silika pada membran. Gumpalan dan cekungan ini menunjukkan adanya pengaruh

penambahan silika. Penambahan silika dalam material membran kitosan berfungsi sebagai porogen dan membentuk celah pada membran (Liu, *et al.*,2003).

Selain itu pada membran kitosan-silika juga ditemukan pori yang terlihat seperti lingkaran-lingkaran. Hal ini dapat dibandingkan dengan membran kitosan-silika yang memberikan hasil koefisien rejeksi kecil yaitu membran kitosan-silika 1:0. Besarnya koefisien rejeksi menunjukkan selektivitas membran. Semakin banyak silika yang ditambahkan semakin selektif membran yang dihasilkan (Arifiani, 2012). Komposisi terbaik dengan koefisien rejeksi terbesar dihasilkan pada membran kitosan-silika 1:2. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, membran kitosan-silika telah berhasil disintesis dan dapat digunakan untuk mendekolorisasi larutan zat warna *remazol brilliant blue* dengan komposisi terbaik diperoleh pada membran kitosan-silika 1:2.

4.4 Penggunaan Membran Kitosan-Silika Secara Berulang

Telah dilakukan penggunaan membran kitosan-silika untuk proses dekolorisasi larutan zat warna *remazol brilliant blue*. Data penggunaan membran kitosan-silika secara berulang disajikan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Kinerja Membran Setelah Digunakan Secara Berulang

Dari Gambar 4.5 dapat dilihat koefisien rejeksi membran kitosan-silika mengalami penurunan setelah digunakan secara berulang. Penurunan tajam terjadi pada menit ke-150 yaitu menghasilkan koefisien rejeksi sebesar 44,77%. Penurunan koefisien rejeksi ini mungkin diakibatkan terjadinya *fouling* atau penyumbatan pori membran sehingga filtrat masih banyak mengandung molekul zat warna. Dari analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa membran kitosan-silika 1:2 dapat digunakan secara berulang untuk mendekolorisasi larutan zat warna *remazol brilliant blue*. Penggunaan berulang sebanyak 8 kali atau setelah menit ke-150 merupakan penggunaan maksimal membran, karena pada penggunaan ke delapan koefisien rejeksi dari membran kitosan-silika 1:2 mengalami penurunan yang sangat tajam sampai kurang dari 50%. Membran yang baik digunakan sebagai media filtrasi menghasilkan koefisien rejeksi lebih dari 50% (Handayani, 2009). Sehingga dalam penelitian ini pada menit ke-150 membran sudah tidak dapat digunakan lagi sebagai media filtrasi larutan zat warna dengan baik.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Membran kitosan-silika dapat disintesis dengan menggunakan kitosan dan silika abu sekam padi sebagai sumber silika. Penambahan silika abu sekam padi dapat meningkatkan kapasitas penyerapan air, permeabilitas, dan meningkatkan situs aktif membran kitosan.
2. Membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran yang paling baik untuk proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* pada pH 4 dengan menghasilkan koefisien rejeksi sebesar 88,41%.
3. Membran kitosan-silika hasil sintesis dapat digunakan untuk proses dekolorisasi zat warna *remazol brilliant blue* secara berulang sebanyak delapan kali pengulangan pada pH4 atau selama 150 menit.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, peneliti menemukan kendala dalam menganalisa proses reaksi yang terjadi pada proses dekolorisasi menggunakan membran kitosan-silika. Salah satu kendala yang ditemukan yaitu belum jelasnya mekanisme reaksi yang terjadi pada proses dekolorisasi tersebut apakah melibatkan reaksi kimia ataukah hanya reaksi secara fisik saja. Sehingga

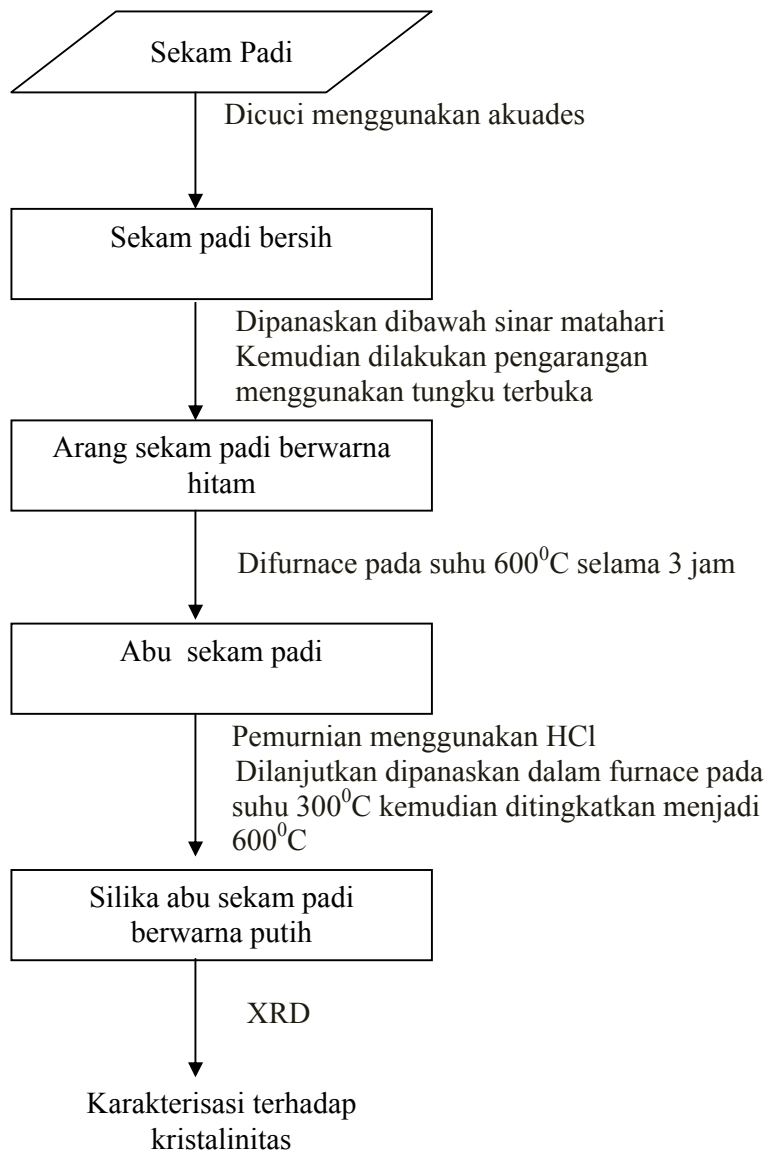
belum jelas apakah proses dekolorisasi yang terjadi merupakan penurunan intensitas warna akibat kromofor zat warna yang hilang atau senyawa dari zat warna tersebut yang hilang. Dengan demikian untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan pengkajian ulang mengenai reaksi kimia yang terjadi pada saat proses filtrasi menggunakan membran kitosan-silika untuk zat warna. Selain itu perlu adanya tambahan instrumentasi untuk mengidentifikasi hasil permeat yang dihasilkan pada proses dekolorisasi. Instrumentasi ini bertujuan untuk mengetahui jenis mekanisme yang terjadi apakah reaksi secara kimia atau reaksi secara fisik dan dapat mengetahui senyawa yang berhasil dihilangkan.

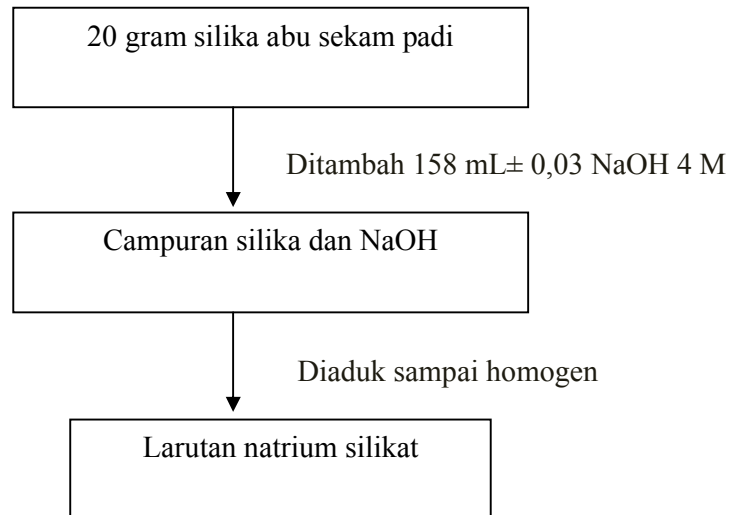
DAFTAR PUSTAKA

- Arifiani, N. 2012. *Sintesis Membran Kitosan-Silika dan Aplikasinya Untuk Filtrasi Air Sadah*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNNES: Semarang
- Chatterjee, S., Dae S.Lee., Min W.Lee., Seung H.Woo. 2009. Congo Red Adsorption from Aqueous Solution by Using Chitosan Hydrogel Beads Impregnated With Nanioic Surfactant. *Bioresource Technology*. No. 100: 3862-3868. Republic of Korea
- Dewi, R.S & Siti L. 2006. Dekolorisasi Limbah Batik Tulis Menggunakan Jamur Indigenous Hasil Isolasi Pada Konsentrasi Limbah Yang Berbeda. *Jurnal Kimia UNSOED*: Purwokerto
- Hanafi, A. & Nandang, R. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu Terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5 No.1: 35-38. Universitas Sebelas Maret: Surakarta
- Handayani, E. 2009. *Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika Dari Sekam Padi Dan Kitosan Sebagai Matriks Biopolimer*. Makalah Penelitian IPB: Semarang
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 3 No. 2: 98-103
- Huang, K. S., Jeng-Shian Cheng., Fun-Eu Lin. & Shyh-Jer Lin. 2009. *Preparation and Properties of PAA-Chitosan/SiO₂ Hybrid Materials*. Kun Shan University Taiwan. 1-20
- Indrawati. 2008. *Dekolorisasi Larutan Remazol Brilliant Blue Menggunakan Ozon Hasil Elektrolisis*. Makalah Penelitian UNDIP: Semarang.
- Islam, M & Ani. 2000. Techno-Economics Of Rice Husk Pyrolysis, Concersion With Catalytic Treatment To Produce Liquid Fuel. *Bioresource Technology* Vol. 73 No.1: 67-75
- Lee, J., Shin, Hyoun, Hae, Young, & Jun. 2009. Membrane of Hybrid Chitosan-Silica Xerogel for Guided Bone Regeneration. *Journal Biomaterials*. No.30: 743-750.. Republic of Korea
- Liu, J., Xin, Shao, & Zhou. 2003. Preparation and Characterization of Chitosan / Cu (II) Affinity Membran for Urea Adsorption. *Inc. J.Appl Polyn Sci*. Vol.90 No.7: 1108-1112
- Mallinckrodt, B. 2008. *Material Safety Data Sheet*.

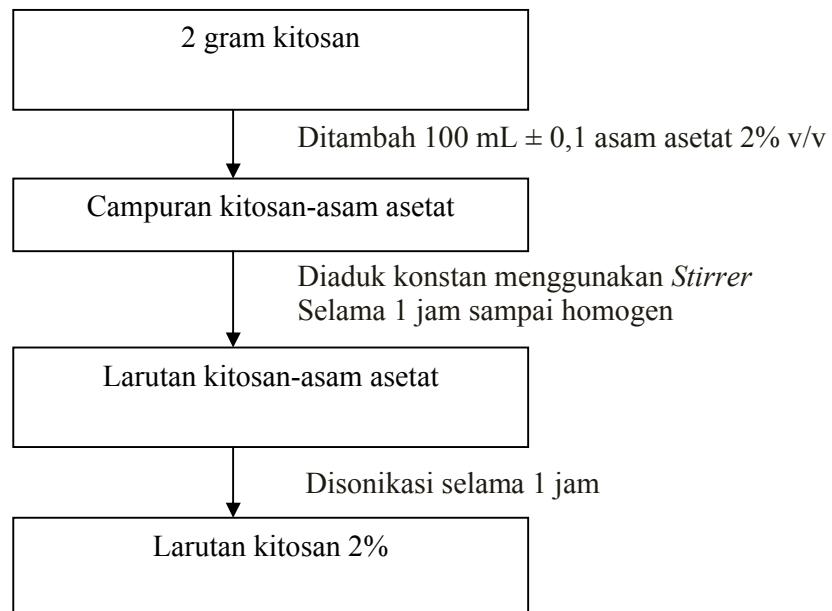
- Manurung, R & Irvan. 2004. Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob. *Jurnal Kimia USU: Sumatera Utara*
- Nadarajah, K., 2005. *Development and Characterization of Antimicrobial Edibel Films from Crawfish Chitosan*. Disertasi Louisiana State University
- Ningrum, L., Retno, & Rahmat N. 2007. *Dekolorisasi Remazol Brilliant Blue dengan Menggunakan Karbon Aktif*. Makalah Penelitian UNDIP: Semarang
- Nirmasari, A., 2008. *Pengaruh pH Terhadap Elektrodokolorisasi Zat Warna Remazol Black B Dengan Elektroda PbO²⁻*. Makalah Penelitian UNDIP: Semarang.
- Nizami, M.S, & Iqbal M.Z. 2001. Chemical Kinetic Aspects of Solid State Reaction Producing Wellastonite from Rice Husk Silica and Limestone. *Journal Mater.Sci.Technol*; Vol. 17 No.2: 243-246
- Noorikhlas, F., Widodo, & Ismiyanto. 2008. *Analisis Produk Elektrodokonstruksi Senyawa Penyusun Limbah Batik: Elektrolisis Larutan Remazol Black B*. Jurnal Kimia UNDIP: Semarang
- 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
- Pierog, M., Magdalena, & Jadwika. 2009. Effect of Ionic Ceoss Linking Agent on Swelling Behaviour of Chitosan Hydrogel Membrans. *Progress on Chemistry and Application of Chitin and its*, Vol. 14 No.14: 75-82
- Rasy, D. M., Nuryono., Sri, E.K. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam PADI yang Dimobilisasi Dengan 3-(Trimetoksisilil) 1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia*, Vol. 4 No.2: 150-167
- Ray, M., Pal, Anis, & Banthia. 2010. Development and Characterization of Chitosan Based Polymeric Hydrogel Membrans. *Designed Monomers dan Polymers*, Vol. 13 No. 3: 193-206
- Rini, A.P., Rum, & Gunawan. 2007. *Pengaruh Poly Ethilene Glycol (PEG) Dalam Sinesis Membran Padat Silika Dari Sekam Padi dan Aplikasinya Untuk Dekolorisasi Limbah Cair Batik*. Makalah Penelitian UNDIP: Semarang
- Sugita, P. 2009. *Kitosan : Sumber Biomaterial Masa Depan*, IPB Press: Bogor

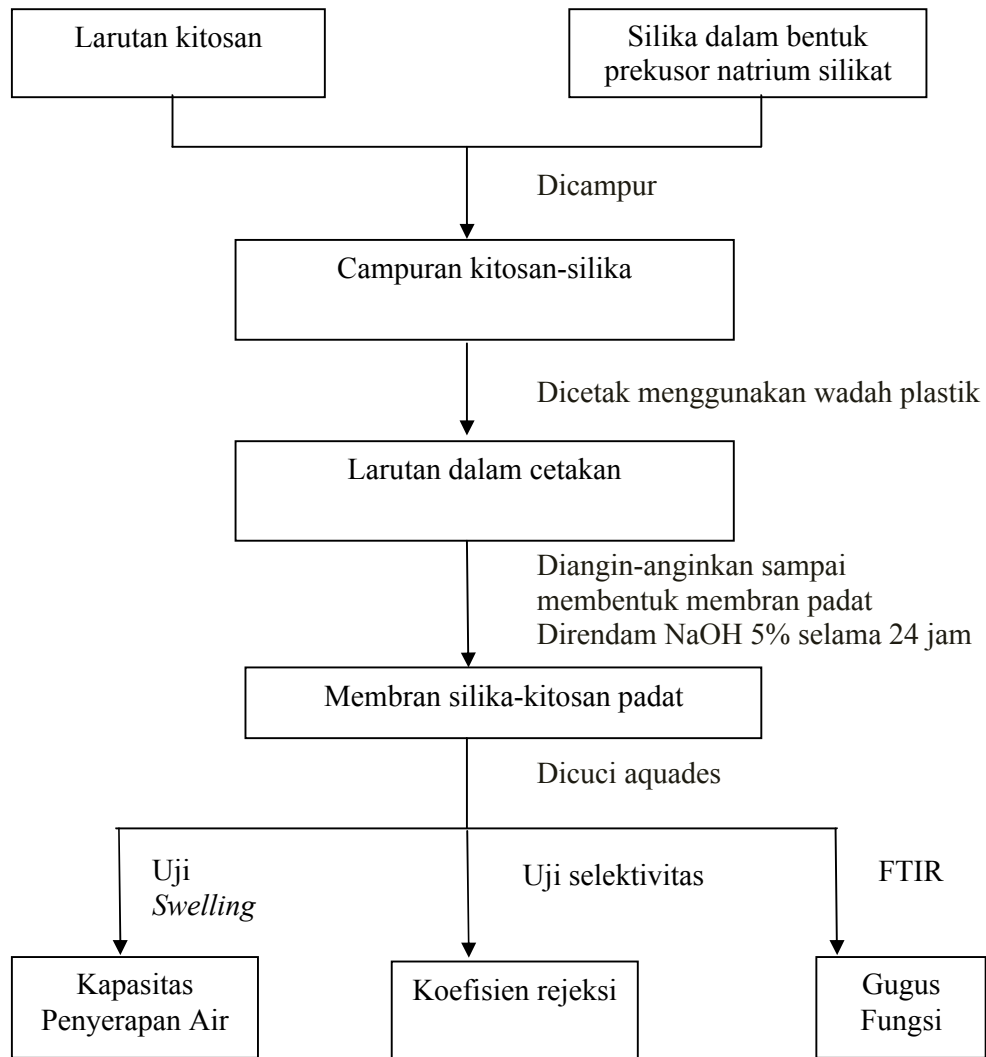
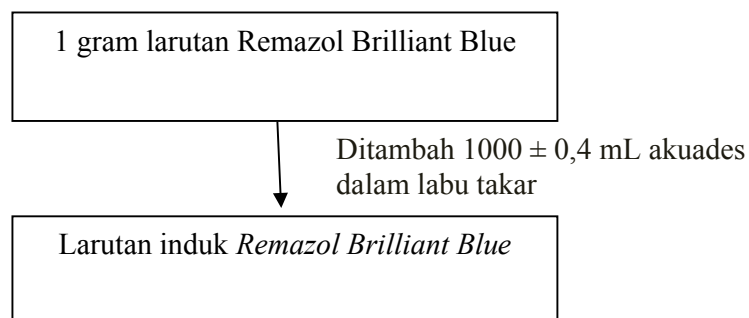
- Suteu, D., & Bilba, D., 2005. *Equilibrium and Kinetic Study of Reactive Dye Brilliant Red HE- 3B Adsorbstion by Actived Charcoal*, Departement of Analitical Chemistry, Technical University of Lasi. Romania
- Suwarsa, S. 2009. Penyerapan Zat Warna Tekstil BR Red HE 7B Oleh Jerami.Padi. *Jurnal Matematika dan Sains*, Vol. 3 No.1: 32-40
- Wahab, O.A., Nerm A., Sikasty A. & Khaled A. 2005. Use of Rice Husk for Adsorbtion of Direct Dyes from Aqueous Solution: A Case Study of Direct F Scarlet. *Egyptian Journal of Aquatic Research*: Vol. 1 No 31: 1110-1354
- Widjanarko. 2006. Kinetika Adsorpsi Zat Warna Congo red dan Rhodamine B Menggunakan Serabut kelapa dan Ampas Tebu. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. Jurusan Teknik Kimia Universitas Katolik Widya Mandala : Surabaya. Vol.5 No.3 : 461-468
- Wirahadikusumah, M. 2001. *Biokimia Protein, Enzim dan Asam Nukleat*. Jurusan Kimia ITB: Bandung
- Yassin, Y., Husein, M. & Ahmad. 2007. Adsorpstion of Methylene Blue Onto Treated Activated Carbon. *Journal of Analytical Science*, Vol.11 No.11: 400-406

Lampiran 1:**Diagram Cara Kerja Penelitian****Tahap 1 : Pembuatan Silika Sekam Padi**

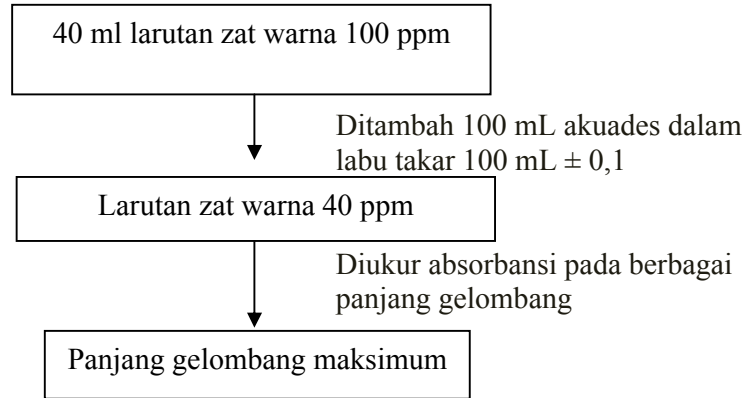
Tahap II: Pembuatan Natrium Silikat

1. Pembuatan larutan kitosan 2%

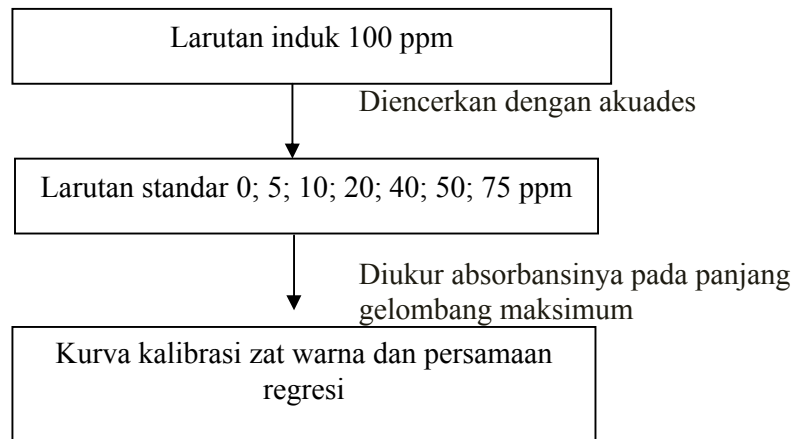


Tahap 3: Pembuatan membran kitosan-silika**Tahap 4: Pembuatan larutan induk *Remazol Brilliant Blue* 100 ppm**

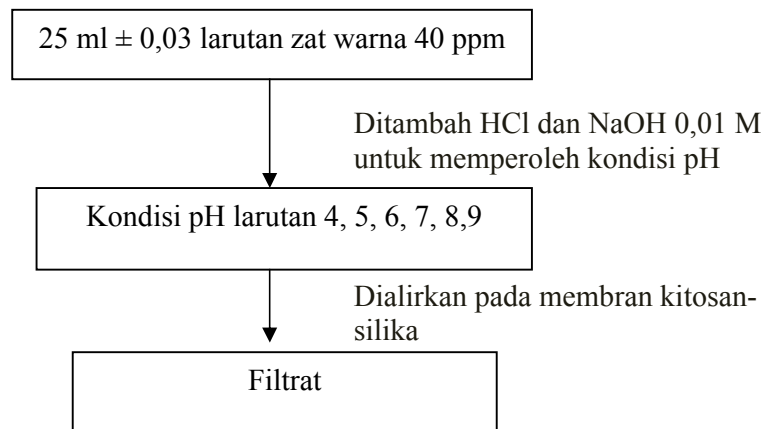
Tahap 5: Penentuan panjang gelombang maksimum



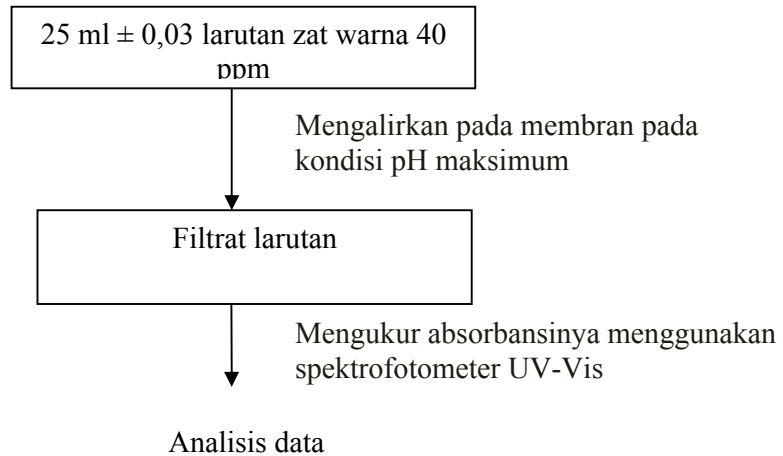
Tahap 6: Membuat kurva kalibrasi



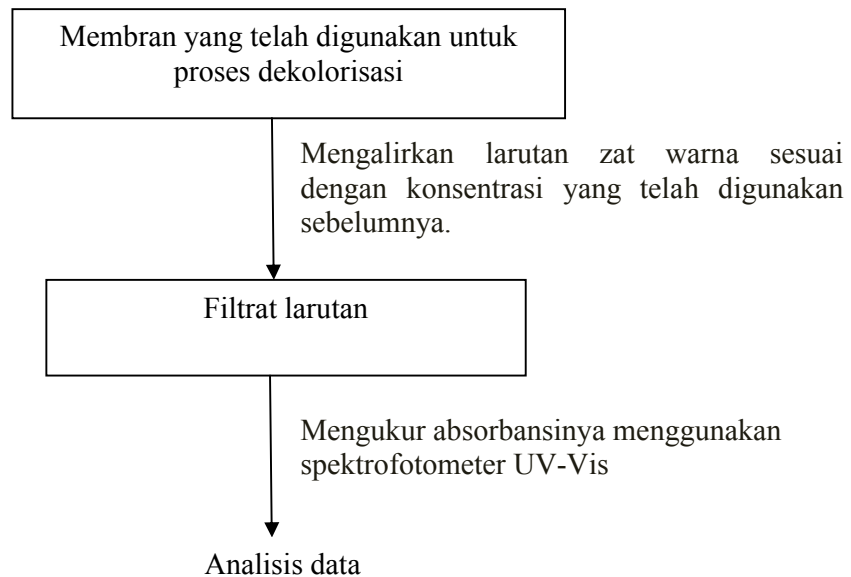
Tahap 7: Optimasi pH untuk proses dekolorisasi zat warna *Remazol Brilliant Blue*



Tahap 8: Selektivitas membran kitosan-silika terhadap proses dekolorisasi zat warna *Remazol Brilliant Blue* pada pH optimum



Tahap 9: Penentuan Kinerja Membran Setelah Digunakan Secara Berulang

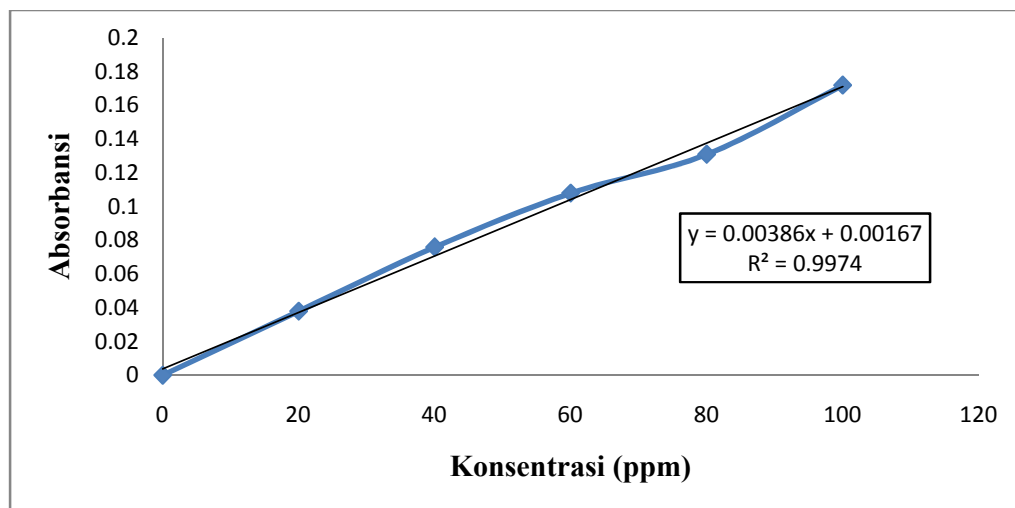


LAMPIRAN 2: Perhitungan Kadar Natrium Silikat (Hasil AAS)

1) Data Kalibrasi

Tabel 1. Data Kalibrasi Kadar Natrium Silikat

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0,000
20	0,038
40	0,076
60	0,108
80	0,131
100	0,172



Grafik 1. Kurva Kalibrasi Kadar Natrium Silikat

2) Hasil Absorbansi Natrium Silikat

Sampel	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Pengenceran
Natrium Silikat	0,109	0,108	0,110	500 mL

3) Perhitungan Kadar Natrium silikat

$$\begin{aligned}
 1) \quad y &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 0,109 &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 x &= 27,81 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2) \quad y &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 0,108 &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 x &= 27,55 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 3) \quad y &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 0,110 &= 0,00386 x + 0,00167 \\
 x &= 28,06 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi rata-rata } (\bar{X}) &= \frac{\dots}{\dots} \\
 &= 27,81 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Konversi Natrium Silikat hasil sintesis sebanyak 200 mL

Faktor pengenceran 100 kali

$$\text{massa natrium silikat} = 27,81 \text{ mg/L} \times 100 \text{ (fp)}$$

$$= 2781 \text{ mg/L}$$

$$= \frac{\dots}{\dots} \longrightarrow \text{konversi dalam berat}$$

$$= 13905 \text{ mg}$$

$$\text{Kadar natrium silikat} = \frac{\dots}{\dots} 100\%$$

$$= 69,525\%$$