



## **SKRIPSI**

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA AURAMIN  
MENGUNAKAN ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI  
KAOLIN BANGKA TANPA TEMPLAT ORGANIK**

**MOH. MU'ALLIFUL ILMI  
NRP. 0121144000059**

**Dosen Pembimbing  
Dr. Djoko Hartanto, M.Si  
Wahyu Prasetyo Utomo, S.SI, M.Si**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**



**SCRIPT**

**ADSORPTIVE REMOVAL OF AURAMIN DYE FROM  
AQUEOUS SOLUTION USING H-ZSM-5 SYNTHESIZED  
FROM BANGKA KAOLIN WITHOUT ORGANIC  
TEMPLATE**

**MOH. MU'ALLIFUL ILMI  
NRP. 0121144000059**

**Supervisor  
Dr. Djoko Hartanto, M.Si  
Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si, M.Si**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA AURAMIN  
MENGUNAKAN ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI  
KAOLIN BANGKA TANPA TEMPLAT ORGANIK**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
pada  
Program Studi S-1 Departemen Kimia  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:  
MOH. MU'ALLIFUL ILMI  
NRP. 0121144000059

DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018

**LEMBAR PENGESAHAN**

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA AURAMIN  
MENGUNAKAN ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI  
KAOLIN BANGKA TANPA TEMPLAT ORGANIK**

**SKRIPSI**

Disusun oleh:

MOH. MU'ALLIFUL ILMI

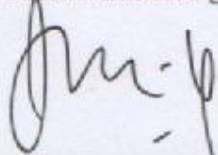
NRP. 01211440000059

Surabaya, 15 Januari 2018

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Dr. Djoko Hartanto, M.Si

NIP. 196210281988031003



Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si

NIP. 198909082015041001

Mengetahui,

Kepala Departemen Kimia,



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si, M.Sc

NIP. 197106161997031002

*Karya ini kupersembahkan untuk Ibu, Bapak, adik  
Dosen pembimbing dan penguji  
Keluarga Synergy HIMKA, Magnivic  
Alencearin teman-teman GALAXY  
Dosen dan karyawan Departemen Kimia  
serta seluruh teman-teman  
yang selalu membantu dan memotivasi*

**STUDI ADSORPSI ZAT WARNA AURAMIN  
MENGUNAKAN ZSM-5 YANG DISINTESIS DARI  
KAOLIN BANGKA TANPA TEMPLAT ORGANIK**

**Nama** : MOH. MU'ALLIFUL ILMI  
**NRP** : 0121144000059  
**Departemen** : Kimia FIA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : 1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si.  
2. Wahyu Praseyto Utomo, S.Si, M.Si.

**ABSTRAK**

Adsorpsi zat warna auramin menggunakan ZSM-5 yang disintesis dari kaolin Bangka tanpa templat organik telah dilakukan dengan variasi konsentrasi awal 50, 100, 150, 200 dan 250 mg / L, waktu kontak 5-180 menit dan suhu antara 30-50 °C pada pH 7. Hasil analisis pengaruh waktu kontak pada adsorpsi menunjukkan bahwa proses adsorpsi berlangsung cepat pada fase awal dan mulai melambat saat mendekati titik kesetimbangan. Waktu kesetimbangan adsorpsi dicapai pada waktu kontak 90 menit. Hasil analisis pengaruh konsentrasi awal menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi awal meningkatkan kapasitas adsorpsi dan menurunkan %penurunan kadar auramin. Proses adsorpsi terjadi yang mengikuti persamaan isotermal Langmuir dengan model kinetika orde kedua-semu. Sedangkan studi termodinamika adsorpsi menunjukkan bahwa proses adsorpsi terjadi secara endoterm namun bersifat spontan pada masing-masing suhu. Hal tersebut disimpulkan dari nilai  $\Delta H^\circ$  yang bernilai +6,130 kJ/mol dan  $\Delta G$  adsorpsi yang bernilai -5,355, -5,734, -6,113 kJ/mol pada suhu 30, 40 dan 50°C.

**Kata kunci:** ZSM-5, Kaolin Bangka, auramin, Langmuir, orde kedua-semu, endotermik, spontan

**ADSORPTIVE REMOVAL OF AURAMIN DYE  
FROM AQUEOUS SOLUTION USING H-ZSM-5  
SYNTHESIZED FROM BANGKA KAOLIN  
WITHOUT ORGANIC TEMPLATE**

**Name** : MOH. MU'ALLIFUL ILMU  
**NRP** : 01211440000059  
**Department** : Chemistry FIA-ITS  
**Supervisor** : 1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si.  
2. Wahyu Praseyto Utomo, S.Si, M.Si.

**ABSTRACT**

The adsorption of auramine dye using ZSM-5 synthesized from Bangka kaolin without organic template has been studied with initial concentration variations 50, 100, 150, 200 and 250 mg/L, contact time 5-180 min and temperature between 30-50 °C with pH 7. The effect of contact time on adsorption showed the adsorption process occurs fastly in the initial phase and begins to decrease as it approaches the equilibrium point. Adsorption equilibrium time is achieved at contact time of 90 minutes. The results of the analysis of the effect of initial concentrations indicate that the initial concentration increases as increases the adsorption capacity and it decreases %removal of auramine in aqueous solution. The adsorption process follows Langmuir's isothermal model with a pseudo-second order kinetics model. While the study of adsorption thermodynamics shows that the adsorption process occurs endothermally but spontaneously at each temperature. It can be concluded from the value of  $\Delta H^\circ$  adsorption at +6,130 kJ/mol and the value of  $\Delta G^\circ$  adsorption -5,355, -5,734, -6,113 kJ / mol at 30, 40 and 50°C respectively.

**Keyword:** *Bangka Kaolin, auramin,, Isotherm Adsorption, ZSM-5*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul “**Studi Adsorpsi Zat Warna Auramin Menggunakan ZSM-5 yang Disintesis dari Kaolin Bangka tanpa Templat Organik**”. Dalam kesempatan ini penulis bermaksud mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang mendukung atas terselesaikannya tulisan ini, yaitu:

1. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si dan Wahyu Prasetyo Utomo, S.Si, M.Si, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan arahan dan bimbingannya mulai dari perencanaan hingga diselesaikannya naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Prof. Dr. Hadi Nur, selaku dosen pembimbing selama penulis bekerja di laboratorium Ibnu Sina Institute. Yang telah memberikan arahan, bimbingan dan motivasinya selama pengerjaan tugas akhir ini.
3. Bapak Drs. Refdinal Nawfa, MS, selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan kepada saya selama menjalani kegiatan akademik di Departemen Kimia ITS
4. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
5. Bapak Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi, Direktur *Center for Sustainable Nanomaterial*, Laboratorium Energi ITS serta para analis yang telah memberikan fasilitas dan arahnya selama pengerjaan tugas akhir ini.
6. Ibu Dra. Ita Ulfan, M.Si dan Yatim Lailun Ni'mah, Ph.D, selaku pembimbing kolokium dan mentor penelitian yang telah melibatkan saya dalam proyek penelitian yang beliau usulkan sehingga telah mengantarkan saya untuk lebih memahami teori adsorpsi dan metode karakterisasi.

7. Bapak Mardjuni, Bapak Hakim. Mas Fitroh, Mas Andik dan segenap staff Subag Tata Usaha Departemen Kimia yang telah memberikan kemudahan dalam proses administrasi kami selama menjadi Mahasiswa di Departemen Kimia
8. Keluarga saya yang selalu memberi dukungan serta do'a.
9. Kepengurusan Synergy HIMKA Periode 2016-2017, Alumni Magnivic Alencearin, teman-teman GALAXY angkatan 2014, teman-teman tim riset di bawah bimbingan Dr. Djoko Hartanto, teman-teman Lab KME dan sahabat-sahabat yang telah memberikan dukungan dan do'a.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 25 Januari 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
PERSEMBAHAN .....	v
ABSTRAK .....	vi
ABSTRACT .....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Manfaat Penelitian .....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	7
2.1 Kaolin .....	7
2.2 Zeolit .....	8
2.3 ZSM-5 .....	11
2.4 Karakterisasi ZSM-5 .....	12
2.4.1 <i>X-ray Diffraction</i> (XRD) .....	12
2.4.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	14
2.4.3 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	15
2.4.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N <sub>2</sub> .....	17
2.4.5 Analisis Ukuran Pori .....	21
2.5. Adsorpsi .....	22
2.5.1 Adsorpsi Isoterm.....	25
2.5.2 Kinetika Adsorpsi.....	29
2.5.3 Metode Adsorpsi.....	31
2.5.4 Mekanisme Adsorpsi .....	32
2.5.5 Termodinamika Adsorpsi .....	33

2.6 Spektrofotometer UV-Vis .....	33
2.7 Dye (Pewarna) .....	35
2.8 Auramin.....	36
2.9 <i>State of The Art</i> .....	38
2.9.1 Penggunaan ZSM-5 sebagai Material adsorben .....	38
2.9.2 Penggunaan Auramin sebagai Adsorbat .....	39
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>43</b>
3.1 Alat .....	43
3.2 Bahan.....	43
3.3 Preparasi H-ZSM-5 .....	43
3.4 Karakterisasi Zeolit ZSM-5 .....	44
3.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	44
3.4.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	44
3.4.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	44
3.4.4 Adsorpsi Desorpsi Isotermal N <sub>2</sub> .....	45
3.5 Pembuatan larutan induk pewarna auramin .....	45
3.6 Pembuatan larutan standar pewarna auramin .....	45
3.7 Pembuatan larutan sampel auramin.....	46
3.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Auramin .....	46
3.9 Prosedur adsorpsi pewarna menggunakan ZSM-5 .....	47
3.10 Penentuan Model Isotermal, Kinetika dan Termodinamika Adsorpsi .....	48
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>51</b>
4.1 Preparasi ZSM-5.....	51
4.2 Karakterisasi ZSM-5 .....	51
4.2.1 Karakterisasi X-RD .....	51
4.2.2 Karakterisasi FTIR .....	54
4.2.3 Karakterisasi SEM.....	56
4.2.4 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen .....	58
4.3 Studi Adsorpsi .....	60
4.3.1 Pengaruh Waktu Kontak.....	60
4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Awal .....	62

4.3.3 Pengaruh Suhu .....	64
4.3.4 Adsorpsi Isotermal.....	65
4.3.5 Kinetika Adsorpsi .....	69
4.3.6 Termodinamika Adsorpsi .....	71
4.3.7 Mekanisme Adsorpsi .....	74
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>77</b>
5.1 Kesimpulan.....	77
5.2 Saran.....	77
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>79</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>89</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>	<b>109</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Kaolinit .....	7
Gambar 2. 2 Struktur kimia tetrahedral zeolit .....	8
Gambar 2. 3 (a) Kerangka aluminosilikat zeolit (b) Rangka dan kanal zeolit.....	9
Gambar 2. 4 Struktur kerangka (a) kanal (b) ZSM-5 .....	11
Gambar 2. 5 Difraktogram Referensi ZSM-5.....	13
Gambar 2. 6 Mikrograf mikroskop elektron H-ZSM-5.....	14
Gambar 2. 8 Tipe grafik adsorpsi isotermaal IUPAC .....	18
Gambar 2. 9 Grafik adsorpsi-desorpsi isotermaal N <sub>2</sub> ZSM-5 .....	21
Gambar 2. 10 Plot BJH Karakterisasi pori ZSM-5.....	22
Gambar 2. 11 Struktur Kimia Zat Warna Auramin.....	37
Gambar 4. 1 Difraktogram (a) kaolin Bangka, (b) ZSM-5 Komersial (Hartanto dkk, 2016) dan (c) ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben. ....	52
Gambar 4. 2 Spektra Inframerah sampel (a) kaolin, (b) ZSM-5 Komersial, (c) ZSM-5 dan yang yang digunakan sebagai asorben. ....	54
Gambar 4. 3 Mikrograf dari ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben diamati dengan SEM. ....	57
Gambar 4. 4 Isoterm adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> dari material ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.....	58
Gambar 4. 5 Distribusi ukuran pori pada ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.....	60
Gambar 4. 6 Pengaruh waktu kontak dan konsentrasi awal terhadap kapasitas adsorpsi auramin.....	61
Gambar 4. 7 Pengaruh konsentrasi awal terhadap %penurunan kadar auramin dan kapasitas adsorpsi auramin.....	63
Gambar 4. 8 Pengaruh suhu adsorpsi terhadap %penurunan kadar auramin .....	64
Gambar 4. 9 Skema Reaksi antara ZSM-5 dengan Auramin .....	76

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tipe Pewarna Industri .....	36
Tabel 2. 2 Beberapa penelitian adsorpsi auramin menggunakan berbagai jenis adsorben .....	41
Tabel 2. 3 Beberapa penelitian adsorpsi berbagai jenis pewarna menggunakan ZSM-5 sebagai adsorben.....	42
Tabel 4. 1 Hasil fasa dan produk yang terbantu .....	53
Tabel 4. 2 Hasil spektra FTIR dari kaolin, ZSM-5 komersil dan ZSM-5 hasil sintesis .....	56
Tabel 4. 3 Konstanta isoterm berbagai model adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5 pada suhu 303 K.....	66
Tabel 4. 4 Parameter kinetika berbagai model kinetika adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5 pada suhu 303 K.....	70
Tabel 4. 5 Parameter termodinamika adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5 .....	72

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN.....	89
A. Prosedur Sintesis ZSM-5 dan Adsorpsi Auramin .....	89
A1. Sintesis ZSM-5 .....	89
A2. Adsorpsi Zat Warna Auramin.....	91
B. Perhitungan-perhitungan .....	95
B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan Stock 1000 mg/L.....	95
B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar 5; 25 ; 50 ; 75 ;100 mg/L.....	95
B.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Auramin.....	96
B.4 Perhitungan Kapasitas Adsorpsi dan %Removal ZSM-5.....	97
B.5 Plot Adsorpsi Isotermal.....	100
B.5 Plot Kinetika Adsorpsi .....	102
B.5 Plot Termodinamika Adsorpsi .....	103
C. Data Karakterisasi .....	104
C.1 Karakterisasi FTIR.....	104
C.2 Karakterisasi XRD .....	107

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pewarna sintetis secara luas telah digunakan dalam proses tekstil, *leather*, pengecatan dan percetakan karena memiliki warna yang unik dan cemerlang, penggunaan yang mudah, dan memiliki biaya produksi yang terjangkau (Jin dkk., 2014). Saat ini, terdapat lebih dari 100.000 jenis pewarna komersial, dengan tingkat produksi lebih dari  $7 \times 10^5$  ton tiap tahunnya. Limbah cair berwarna merupakan jenis residu yang dihasilkan oleh banyak industri dan normalnya mengandung berbagai jenis kontaminan pewarna. Lebih dari 10-15% pewarna sintetis yang diproduksi oleh industri hilang sebagai limbah cair (Hassani Nejad-Darzi dkk., 2012). Kontaminan tersebut akan mengalir dan bermuara di danau, sungai, dan dasar air yang merupakan salah satu ancaman terbesar pada kesehatan ekosistem.

Pada beberapa kasus, keberadaan 1 mg/L pewarna dapat secara kasat mata berdampak pada penampilan visual dari sungai dan danau. Meski berada pada skala mg/L, pewarna dapat mengubah warna air, mengurangi penetrasi cahaya matahari, dan menghalangi proses fotosintesis, serta dapat mengubah salinitas (Briao dkk., 2017; Panic dan Velickovic, 2014).

Auramin atau ( $C_{17}H_{22}ClN_3$ ), bis [4-(dimetilamino) fenil] metaniminium klorida telah secara luas digunakan dalam pewarnaan kertas, tekstil, *leather* dan terkadang juga digunakan sebagai pewarna makanan (Mall dkk., 2007). Senyawa tersebut memiliki resistansi yang tinggi terhadap aktivitas biodegradasi karena memiliki kestabilan termal dan cahaya yang baik dimiliki senyawa pewarna tersebut (Singh dkk., 2016).

*International Agency for Research on Cancer* telah memasukkan senyawa tersebut ke dalam deretan senyawa kimia

yang dapat memicu kanker (karsinogenik). Organisasi tersebut telah melakukan uji bioaktivitas auramin dalam tubuh hewan, dan auramin dapat mengalami biotransformasi membentuk spesi reaktif yang dapat menyerang organ tubuh hewan dan manusia. Oleh karena itu, penurunan kadar auramin di perairan merupakan upaya yang harus dilakukan untuk menjaga ekosistem akuatik dan kesehatan manusia.

Secara umum, berbagai proses penanggulangan limbah pewarna telah dilakukan, seperti dengan proses pemisahan fisik, oksidasi kimia, dan degradasi biologis telah digunakan secara luas untuk menurunkan kadar pewarna pada air limbah. Beberapa metode konvensional untuk menanggulangi limbah cair yang mengandung pewarna seperti koagulasi, flokulasi, oksidasi atau ozonasi, dan pemisahan membran juga telah digunakan (Hassani Nejad-Darzi dkk., 2012). Metode lain yang juga diaplikasikan seperti metode oksidasi lanjutan, degradasi kimia, elektrokimia, ekstraksi cair-cair, perlakuan biologis, fotokatalisis, dan adsorpsi (Jin dkk., 2014; Briao dkk., 2017). Pada beberapa kasus penurunan kadar pewarna menggunakan biodegradasi, terdapat kendala karena adanya gugus aromatik yang stabil yang menghambat proses degradasi.

Dari berbagai jenis metode yang telah disebutkan sebelumnya, tren terkini menunjukkan bahwa adsorpsi merupakan salah satu cara yang paling efisien dan merupakan metode populer dalam proses penurunan kadar pewarna. Proses adsorpsi mampu menunjukkan efisiensi penurunan kadar yang tinggi dengan ongkos yang lebih murah dan teknik yang lebih sederhana serta mudah digunakan dan diaplikasikan meski dalam skala kecil (Panic dan Velickovic, 2013; Jin dkk., 2014; Lamia dkk., 2016; Briao dkk., 2017).

Proses adsorpsi umumnya menggunakan jenis adsorben terjangkau seperti mineral tanah liat, limbah padat pertanian,

produk samping industri, kitosan, dan biomassa (Jin dkk., 2014). Selain jenis adsorben tersebut, terdapat berbagai jenis adsorben alternatif lain, diantaranya menggunakan resin penukar ion, zeolit, dan karbon aktif. Karbon aktif merupakan jenis adsorben yang paling banyak digunakan dalam menurunkan kadar pewarna dalam larutan, namun penggunaannya kurang ekonomis karena membutuhkan biaya produksi dan regenerasi yang mahal (Kaur dkk., 2015).

Penelitian adsorpsi auramin telah dilakukan dengan berbagai jenis adsorben di antaranya adalah arang alami berbasis Biji kapas (Singh dkk., 2016), daun *Globe Artichoke* yang dimodifikasi NaOH (Laribi dan Sahmoune, 2016), ZnS:Nanopartikel Cu pada karbon aktif (Asfaram dkk., 2015), Arang alami kayu *Ganga Imli*, (Singh dkk., 2016), *halloysite nanotubes* (Khatri dan Tyagi, 2016) abu terbang baggas, Karbon aktif-Komersial, karbon aktif-laboratorium (Mall dkk., 2007) dan karbon aktif berbasis daun *Surganace* (Qi dkk., 2014). Rendahnya kapasitas adsorpsi dan kemampuan untuk regenerasi membuat bahan-bahan tersebut tidak sesuai dalam proses adsorpsi pada skala industri.

Salah satu bahan alternatif yang juga dapat digunakan sebagai adsorben adalah zeolit. Zeolit merupakan deretan kristal berpori dengan susunan pori yang rumit dan kanal-kanal dengan ukuran antara 0.3-1 nm, dan telah digunakan secara luas sebagai katalis, adsorben, dan penukar ion. Kapasitas penukar ion bergantung pada konsentrasi ion, suhu, dan sifat kation perbandingan seperti kapasitas dan nomor atom. Material zeolit memiliki sifat yang unggul seperti susunan struktur yang unik, ukuran pori mesopor yang seragam dan bersambung, memiliki luas permukaan yang tinggi, volume pori yang besar dan telah menunjukkan peningkatan yang signifikan dalam mengadsorpsi senyawa pewarna dibanding karbon aktif komersial. Beberapa

jenis zeolit yang digunakan di antaranya MCM-22, Zeolit NH<sub>4</sub>-Beta dan ZSM-5 (Kaur dkk., 2015)

Pada penelitian ini, dilakukan adsorpsi pewarna auramin menggunakan adsorben ZSM-5. Penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya, di antaranya adalah Briao dkk. (2017) untuk mengadsorp pewarna kristal violet, Dong dkk. (2010) mengadsorp pewarna metilen biru menggunakan zeolit SBA-15, Lamia dkk. (2016) menggunakan ZSM-5 dengan pembentuk struktur pirolidin sebagai adsorben metil hijau, serta Jin dkk. (2014) menggunakan ZSM-5 dilapisi surfaktan sebagai adsorben pewarna anionik jingga II.

Adsorpsi metilen biru menggunakan ZSM-5 telah dilakukan oleh Handreck dan Smith (1988) dan Hammed dkk. (2015) dengan mengimpregkan larutan gula pada permukaan ZSM-5 dan dilanjutkan dengan proses karbonasi (SuZSM) yang dikompositkan dengan material besi *zero-valent* berskala nano. Panic dan Velickovic (2013) menggunakan komposit hidrogel poli asam metakrilat untuk menurunkan kadar pewarna kationik *Basic Yellow* (BY28). Penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben warna dasar juga dilakukan oleh Hassaninejad-Darzi dkk. (2017), di mana warna dasar yang diadsorp adalah BB41, BR18 dan BR46 dengan kapasitas adsorpsi maksimum yang dapat dicapai adalah 96.96  $\mu\text{mol}/\text{gram}$ .

Pada penelitian ini digunakan ZSM-5 yang telah disintesis dari Kaolin Bangka tanpa templat organik pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hartanto dkk. (2016). ZSM-5 yang akan digunakan sebagai adsorben auramin dipreparasi dengan melakukan kalsinasi pada NH<sub>4</sub>-ZSM-5 pada suhu 500 °C selama 6 jam. Penggunaan H-ZSM-5 sebagai adsorben auramin belum pernah dipublikasikan sebelumnya. Padatan yang telah dipreparasi dikarakterisasi menggunakan

FTIR, XRD (*Xray Diffraction*), *Scanning Electron Micsroscope* (SEM), adsorpsi-desorpsi isothermal N<sub>2</sub> dan dilakukan Plot BJH untuk menentukan distribusi pori.

Beberapa parameter yang diaplikasikan dalam proses adsorpsi di antaranya adalah pengaruh konsentrasi awal, waktu kontak, dan suhu adsorpsi. Pada penelitian ini juga dilakukan studi adsorpsi isothermal, kinetika, dan parameter termodinamika adsorpsi agar diketahui secara komprehensif proses adsorpsi pewarna auramin pada ZSM-5.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben auramin belum pernah dilakukan sebelumnya, penelitian ini menjadi hasil penelitian pertama yang melaporkan adsorpsi auramin menggunakan ZSM-5. Permasalahan yang dibahas dalam penelitian ini adalah kapasitas adsorpsi ZSM-5 terhadap pewarna auramin, model adsorpsi isothermal dan kinetika adsorpsi yang sesuai untuk proses adsorpsi pewarna auramin dengan ZSM-5 dan sifat termodinamika dari proses adsorpsi pewarna auramin pada ZSM-5.

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan informasi kapasitas adsorpsi ZSM-5 terhadap pewarna auramin, model adsorpsi isothermal dan kinetika yang sesuai dengan proses adsorpsi pewarna auramin pada ZSM-5 serta sifat termodinamika dari proses adsorpsi pewarna auramin pada ZSM-5.

## **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah mengetahui potensi dan optimasi aplikasi ZSM-5 pada penurunan kadar pewarna auramin dalam lingkungan berair. Penelitian juga diharapkan dapat

menjadi referensi proses optimasi penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben pewarna di masa depan.

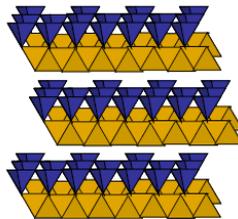
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kaolin

Kaolin merupakan senyawa aluminosilikat dan merupakan jenis mineral dengan masa batuan yang tersusun dari bahan-bahan tanah lempung dengan kualitas tinggi (*high grade*), berbentuk serbuk, berwarna putih, putih abu-abu, kuning, jingga, atau kemerahan. Jenis mineral tanah liatnya adalah kaolinit, nakrit, dan dikrit. Kaolin memiliki komposisi kimia aluminosilikat hidrat ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Pada umumnya kaolin memiliki massa jenis 2,6 g/mL, kekerasan 2 - 2,5 dan titik lebur 1785 °C.

Kristal kaolin secara struktur tergolong pada tipe filosilikat 1:1. Kristal tersebut terdiri dari lapisan-lapisan oktahedral alumunium,  $\text{Al}^{3+}$  terkoordinasi anion  $\text{OH}^-$  yang tertumpuk lapisan tetrahedral silika,  $\text{Si}^{4+}$  yang terkoordinasi pada anion oksigen,  $\text{O}^{2-}$ . Struktur tiga dimensi dari kaolin dapat dilihat pada Gambar 2.1 berikut:



Gambar 2. 1 Struktur Kaolinit, tetrahedral biru menunjukkan lapisan  $\text{SiO}_4$ , sedangkan oktahedral kuning menunjukkan lapisan  $\text{AlO}_6$ .

Pada masa lampau kaolin digunakan sebagai bahan baku pembuatan keramik, plastik, atau tinta. Tetapi pada kurun waktu terakhir kaolin lebih banyak digunakan sebagai bahan baku pembuatan *fiber glass*, *organo clay*, dan sebagai katalis. Salah

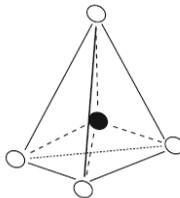
satu dari jenis katalis yang disintesis dari bahan baku kaolin adalah zeolit.

Pada sintesis zeolit dari kaolin, kaolin diubah terlebih dahulu menjadi metakaolin untuk merusak kestabilannya dengan cara pemanasan pada suhu 500-900 °C. Selama proses kalsinasi, gugus hidroksil pada kaolin dihilangkan, kemudian strukturnya menjadi terdistorsi. Komposisi kimia kaolin dan metakaolin sama, karena kalsinasi hanya memodifikasi sejumlah air dari kaolin.

## 2.2 Zeolit

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang di dalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah sebagai ion penyeimbang (*counter ion*) dan molekul air yang dapat bergerak bebas atau berkoordinasi dengan kation (Breck, 1974; Cheetam, 1992; Carrado dkk., 2003).

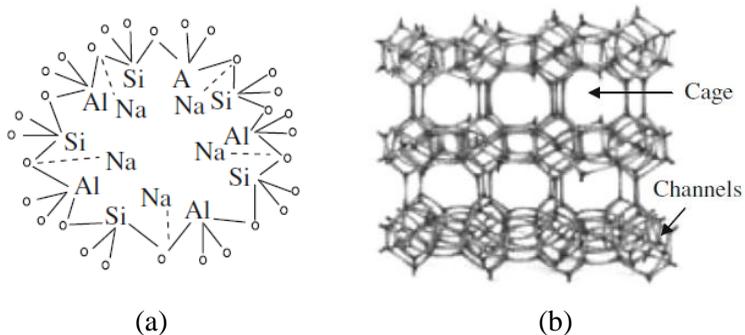
Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit  $\text{TO}_4$ , dimana T adalah ion  $\text{Si}^{4+}$  atau  $\text{Al}^{3+}$  dengan atom O berada di antara dua atom T, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 2 Struktur kimia tetrahedral zeolit  
(Jha dan Singh, 2011)

Struktur zeolit memiliki rumus umum  $M_{x/n}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y] \cdot wH_2O$ , di mana M adalah kation alkali atau alkali tanah, n adalah jumlah valensi kation, w adalah banyaknya molekul air per satuan unit sel, x dan y adalah angka total tetrahedral per satuan unit sel, dan nisbah  $y/x$  biasanya bernilai 1 sampai 5 bahkan ditemukan juga zeolit dengan nisbah  $y/x$  antara 10 sampai 100 (Bekum dkk., 2001).

Struktur zeolit dapat dibedakan dalam tiga komponen yaitu rangka aluminosilikat, ruang kosong saling berhubungan yang berisi kation logam, dan molekul air dalam fase *occluded* (Harben dan Kuzvart, 1996). Morfologi dan sistem kristal zeolit mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi (Hay, 1966), dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedral. Struktur dan kerangka aluminosilikat pada zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 (a) Kerangka aluminosilikat zeolit yang menunjukkan jaringan tiga dimensi tetrahedra  $SiO_4$  dan  $AlO_4$  yang terikat pada atom oksigen yang sama.  
 (b) Rangka dan kanal zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si (Jha dan Singh, 2011).

Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis, namun sekarang zeolit yang paling banyak digunakan adalah zeolit sintetis. Zeolit alam biasanya mengandung kation-kation  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$  atau  $Mg^{2+}$  sedangkan lit sintetis biasanya hanya mengandung kation-kation  $K^+$  atau  $Na^+$ . Zeolit sintetis dibuat dengan rekayasa sedemikian rupa agar didapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintetis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada 3 kelompok zeolit sintetis:

1) Zeolit sintetis dengan kadar Si rendah

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai  $0,5 \text{ cm}^3$  tiap  $\text{cm}^3$  volume zeolit.

2) Zeolit sintetis dengan kadar Si sedang

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan  $Si/Al = 5$  sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit Y dengan perbandingan  $Si/Al = 1-3$ . Contoh zeolit sintetis jenis ini adalah zeolit omega.

3) Zeolit sintetis dengan kadar Si tinggi

Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24.

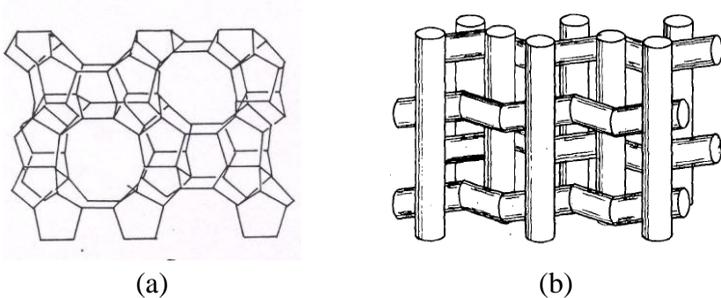
Dunia industri telah mengaplikasikan zeolit pada beberapa aspek kegunaan, di antaranya adalah:

1. Zeolit sebagai penukar ion, contohnya kabazit
2. Zeolit sebagai adsorben, misalnya zeolit A
3. Zeolit untuk pemisahan gas
4. Zeolit sebagai katalis, misal ZSM-5 untuk katalis hidrogenasi metanol

### 2.3 ZSM-5

ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile Number 5*) merupakan jenis zeolit sintetis dengan rasio silika dan alumina yang tinggi. ZSM-5 merupakan material *high porous* dan di seluruh strukturnya mempunyai sebuah struktur saluran tiga dimensi yang menyilang. ZSM-5 mempunyai dua jenis pori, keduanya dibentuk oleh oksigen cincin enam, yang pertama dari jenis pori ini adalah berbentuk lurus dan ellips dan yang kedua adalah memiliki pori lurus pada sudut kanan, berpola zig-zag dan melingkar. ZSM-5 dikenal sebagai jenis zeolit sintetis yang mempunyai permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Struktur kerangka jenis bahan aluminosilikat tersebut terbentuk dari bahan dasar pembangun berupa tetrahedron atom silika atau aluminium.

ZSM-5 ini pertama kali dipatenkan tahun 1973 oleh Argauer dan Landolt. ZSM-5 terdiri dari 96 tetrahedral dalam satu unit selnya, 8 tetrahedral di antaranya disusun oleh atom aluminium. Rasio Si/Al digunakan untuk menyatakan jumlah kadar Al dalam zeolit, jika kadar aluminiumnya nol maka zeolit ini disebut silikalit (Lucas dkk., 1997). Struktur dan kerangka ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Struktur kerangka (a) kanal (b) ZSM-5  
(Gaag, 1987; Zheng dkk., 2012)

Zeolit ZSM-5 pertama kali disintesis oleh Landolt dan Argauer (1965) yang diaplikasikan sebagai katalis dalam produksi propilena dan oktana gasolin karena adanya sisi asam pada permukaannya. ZSM-5 merupakan salah satu zeolit dengan *framework* tipe MFI, dengan rumus umum  $\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$  dan memiliki rasio Si/Al bervariasi dari 10 sampai ratusan dan biasa disintesis dengan menggunakan katalis  $\text{Na}^+$  sebagai *counter ion framework* yang bermuatan negatif. Ion  $\text{Na}^+$  ini dapat ditukar dengan kation lain yang dapat memasuki pori selama modifikasi zeolit. Ion lain yang dapat digunakan sebagai penukar adalah  $\text{NH}_4^+$ , peneliti seringkali membuat zeolit asam dengan menukar ion  $\text{Na}^+$  dengan  $\text{NH}_4^+$  untuk selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C untuk menghilangkan gas  $\text{NH}_3$  dan diperoleh Zeolit asam H-ZSM-5 (Hartanto dkk., 2016; Iryani dkk, 2017).

## **2.4 Karakterisasi ZSM-5**

### **2.4.1 X-ray Diffraction (XRD)**

XRD digunakan untuk identifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi. Prinsip dari *X-ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar X yang mengalami pemantulan sinar setelah bertumbukan dengan atom kristal. Bila seberkas sinar-X dijatuhkan 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 sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X yang disebut JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).

Prinsip XRD mengikuti Hukum Bragg didefinisikan sebagai berikut :

$$n \lambda = 2d \sin \Theta \quad (2.1)$$

Keterangan:

$n$  = orde bias (0, 1, 2, 3,...)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X (nm)

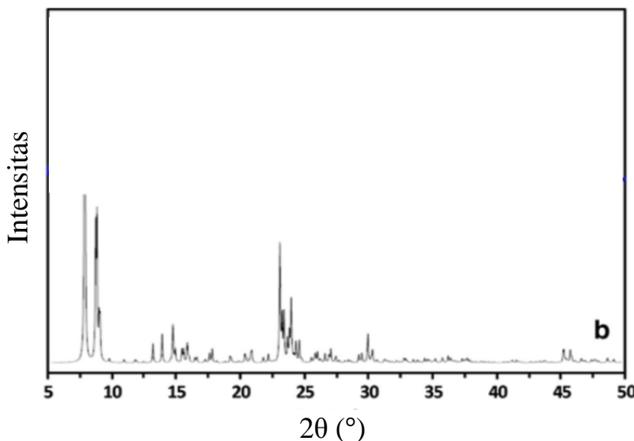
$d$  = jarak antara dua bidang kisi (cm)

$\theta$  = sudut antara sinar datang dengan bidang normal

Ukuran kristal rata-rata dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer, yaitu :

$$T = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (2.2)$$

Pola difraksi ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.5, mempunyai beberapa puncak karakteristik pada rentang  $2\theta$  7-50. Beberapa puncak yang muncul adalah pada  $2\theta = 7.98, 8.94, 23.06$  dan  $23.34$ . Pada sudut  $2\theta = 21$  terdapat puncak dengan intensitas rendah yang menggambarkan sedikitnya struktur amorf pada padatan ZSM-5 (Lamia dkk., 2016).



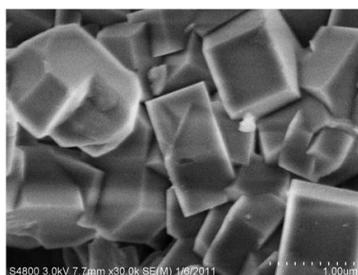
Gambar 2. 5 Difraktogram Referensi ZSM-5 (Lamia dkk., 2016)

### 2.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

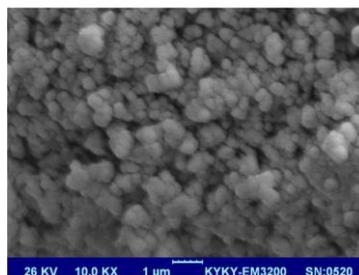
*Scanning Electron Microscope* digunakan untuk analisis topologi suatu material. Topologi tersebut meliputi tekstur, morfologi, bentuk, ukuran dan susunan partikel penyusun material. Pancaran berkas yang diarahkan ke bahan akan dipantulkan dan difraksikan. Timbulnya elektron yang terdifraksi dapat diamati dalam bentuk pola-pola difraksi yang bergantung pada bentuk dan ukuran sel satuan dari bahan.

Tipe-tipe sinyal yang diproduksi oleh SEM dapat berupa *secondary Electron (SE)*, *back-scattered electron (BSE)*, dan sinar X. SEM bekerja dengan cara menembakan elektron yang berasal dari katoda filamen ke arah sampel. Ketika elektron berinteraksi dengan sampel, elektron kehilangan sejumlah energi sehingga terjadi pemantulan elektron dan emisi elektron. Hasil dari pemantulan dan emisi tersebut kemudian dideteksi dengan detektor tertentu dan diperoleh Gambaran berupa morfologi dari suatu kristal (Prasetyoko, 2016).

Gambar 2.6(a) merupakan hasil mikrograf SEM H-ZSM-5 yang telah disintesis oleh Gu dkk. (2012), sedangkan Gambar 2.6 (b) merupakan hasil mikrograf FESEM H-ZSM-5 yang dilaporkan oleh Rostamizadeh dkk. (2018).



(a)



(b)

Gambar 2. 6 Mikrograf mikroskop elektron H-ZSM-5

Gambar 2.6(a) dan (b) menunjukkan perbedaan yang cukup signifikan, ZSM-5 yang disintesis oleh Gu dkk. (2012) menunjukkan struktur yang lebih teratur dibanding dengan Rostamizadeh dkk. (2018). Selain itu, ukuran partikel zeolit ZSM-5 yang dilaporkan oleh Rostamizadeh dkk. (2018) lebih kecil dibanding Gu dkk.(2012).

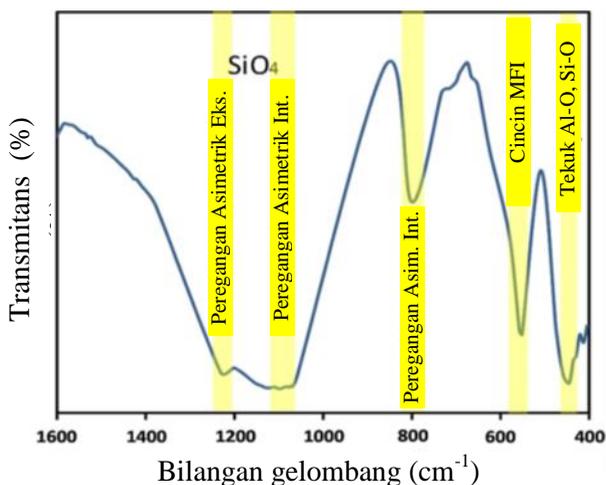
### **2.4.3 *Fourier Transform Infrared (FTIR)***

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared (FTIR)* adalah metode analisis yang digunakan untuk menentukan jenis gugus fungsi dari senyawa, sehingga dapat memberikan informasi untuk penentuan struktur kimianya. Data yang dihasilkan dari spektrofotometer FTIR merupakan data yang diperlukan untuk analisis suatu senyawa hasil sintesis yang belum diketahui jenis senyawa penyusunnya. Spektrofotometer FTIR dapat digunakan untuk menentukan komposisi campuran, kualitas atau konsistensi material dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Karakterisasi suatu material dengan spektroskopi FTIR menghasilkan data yang dapat mendukung hasil data yang diperoleh dari karakterisasi metode lain, misalnya struktur suatu material yang telah ditentukan dengan teknik XRD, akan lebih terpercaya bila didukung dengan karakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR (Sibilia, 1996).

Karakterisasi sampel dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi (Sibilia, 1996). Inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi infra merah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berbeda akan menyerap radiasi

infra merah pada panjang gelombang karakteristik yang berbeda. Akibatnya setiap molekul akan karakteristik.

Spektra FTIR dari ZSM-5 yang disintesis oleh Hasaninejad-Darzi dkk. (2017) dapat dilihat pada Gambar 2.7. Pada daerah bilangan gelombang 1600-400  $\text{cm}^{-1}$  terdapat beberapa pita adsorpsi yaitu pada 1230, 1120-1070, 800, 550 dan 450  $\text{cm}^{-1}$ . Pada bilangan gelombang 1230  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya peregangan asimetrik eksternal pada ikatan-ikatan dalam ZSM-5. Sedangkan pada 1120-1070  $\text{cm}^{-1}$  dikarenakan adanya peregangan internal asimetrik. Kedua pita karakterisitk 1230-1070  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya unit tetrahedral  $\text{SiO}_4$  pada kerangka. Pada bilangan gelombang 800  $\text{cm}^{-1}$  muncul dikarenakan adanya gerakan peregangan asimetrik eksternal, sedangkan pada 450  $\text{cm}^{-1}$  dikarenakan gerakan vibrasi tekuk dari Si-O dan Al-O. Pita serapan pada 550  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi sensitif struktur dikarenakan adanya unit pentasil yang merupakan karakterisitk pada material zeolit tipe MFI.



Gambar 2. 7 Spectra FTIR dari ZSM-5  
(Hasaninejad-Darzi dkk., 2017)

#### 2.4.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N<sub>2</sub>

Adsorpsi nitrogen merupakan adsorpsi fisik (fisisorpsi) yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu material padatan (Haber dkk., 1995). Bentuk dan ukuran pori material penting untuk diamati terutama yang berkaitan dengan adsorpsi suatu senyawa untuk menentukan proses difusi yang melewati material tersebut. Luas permukaan spesifik adalah luas permukaan partikel tiap satuan masa atau volume dari material yang dapat dijelaskan menggunakan teori adsorpsi atau teori BET.

Teori Brunauer-Emmet dan Teller merupakan persamaan yang hanya dapat digunakan untuk adsorpsi dengan nilai P/P<sub>0</sub> berkisar antara 0.05 – 0.3 (Prasetyoko dkk., 2016). Persamaan tersebut dapat diasumsikan bahwa :

- Terjadi adsorpsi *multy layer*, bahkan pada tekanan yang sangat diabaikan
- Interaksi antar molekul yang teradsorpsi
- Kecepatan adsorpsi yang mempunyai nilai yang sama dengan kecepatan desorpsi
- Adsorben mempunyai permukaan yang homogen, yaitu mempunyai keadaan energi yang sama.

Secara matematis persamaan isotermal BET sebagai berikut:

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} \quad (2.3)$$

Dimana: V : jumlah gas yang teradsorpsi pada tekanan *p*

V<sub>m</sub> : jumlah gas dalam monolayer

P<sub>0</sub> : tekanan penjuhan

V : ∞ pada P = P<sub>0</sub>

C : Konstanta

Dimana nilai C merupakan  $\exp(\Delta H_{ad} - \Delta H_{cond}/RT)$ .

Kemudian diplotkan grafik dengan  $\frac{P}{V(P_0-P)}$  sebagai sumbu y dan

$\frac{P}{P_0}$  sebagai sumbu x. Dimana nilai  $V_m$  dapat diperoleh dari persamaan berikut :

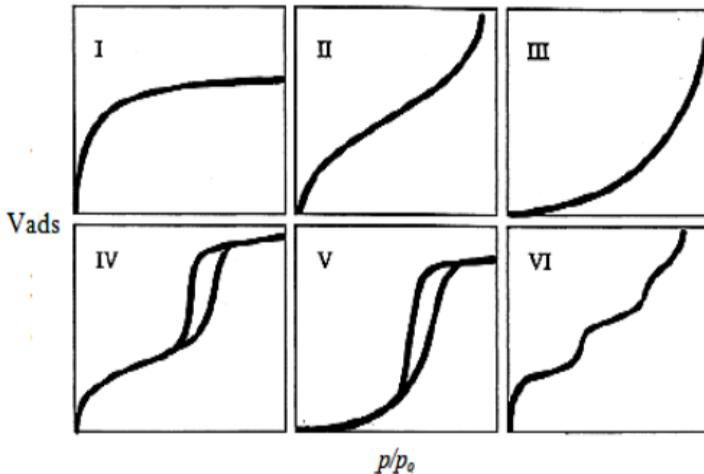
$$Vm = \frac{1}{(intersep+slope)} \quad (2.4)$$

Dengan intersep berupa  $\frac{1}{V_m C}$  slope berupa  $\frac{C-1}{V_m C}$  . berdasarkan persamaan sebelumnya, maka luas permukaan dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$SA = \left( \frac{Vm}{0,0224} \right) N A \times 10^{-19} \quad (2.5)$$

- Di mana: SA : luas permukaan  
 Vm : jumlah adsorbat  $cm^3/g$  padatan  
 N : Bilangan Avogadro  
 A : daerah penampang lintang secara molekular pada adsorbat (nm) (Mc Cash, 2000).

Data dari Analisa ini merupakan grafik adsrpsi-desorpsi isothermal. Tipe-tipe grafik adsorpsi-desorpsi isothermal dalam fisisorp ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Tipe grafik adsorpsi isothermal berdasarkan IUPAC (Prasetyoko dkk., 2016)

Menurut IUPAC, grafik adsorpsi isotermaal dapat diklasifikasikan menjadi 6 tipe:

1. Tipe I

Tipe ini khas untuk fisisorpsi gas pada padatan mikropori dan kemisorpsi. Tipe I ini mengikuti adsorpsi isotermaal langmuir.

2. Tipe II

Tipe ini terlihat pada adsorpsi pada padatan non pori. Adsorpsinya multilayer yang dimulai pada titik B (Gambar 2.2)

3. Tipe III

Grafik ini khas untuk uap, misalnya air pada padatan hidrofobik karbon aktif. Gaya kohesi yang kuat terjadi antara molekul-molekul yang terdsorp.

4. Tipe IV

Tipe IV mirip dengan tipe II pada tekanan rendah. Tetapi memperlihatkan loop histerisis yang disebabkan oleh adanya kondensasi kapiler dalam mesopori pada tekanan tinggi. tipe IV khas untuk material mesopori.

5. Tipe V

Grafik ini khas untuk uap seperti halnya tipe III (mirip dengan tipe III pada tekanan rendah), tetapi terlihat adanya loop histerisis yang juga disebabkan oleh kondensasi kapiler pada mesopori pada tekanan tinggi.

6. Tipe V

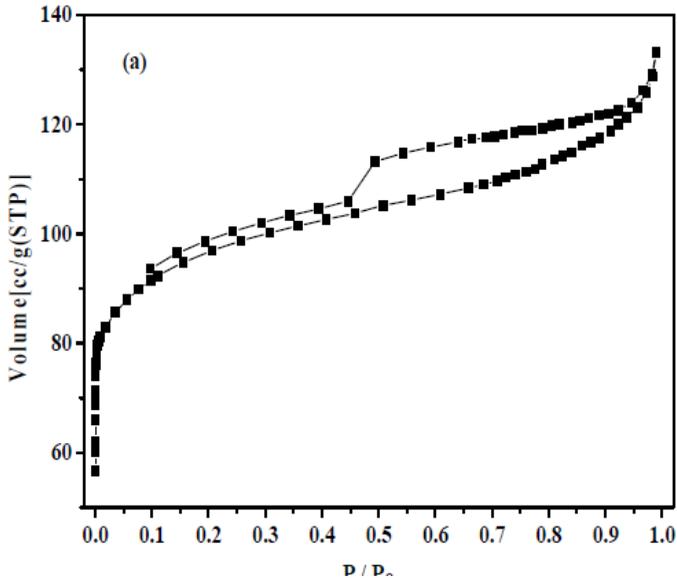
Grafik isotermaal seperti anak tangga, biasanya terlihat untuk adsorpsi nitrogen pada karbon tertentu.

Grafik adsorpsi isotermaal pada material mesopori memiliki sifat yang khas yaitu terjadinya loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam mesopori. Dari grafik terlihat bahwa pada  $P/P_0 = 0$  gas yang teradsorp sangat sedikit,

dan daerah monolayer belum penuh. Dengan meningkatkan tekanan sampai  $P/P_0 < 0.1$ , mulai terjadi adsorpsi gas yang memenuhi monolayer. Ketika tekanan dinaikan lagi sampai  $P/P_0$  kira-kira 0.5 adsorpsi multilayer mulai terjadi, tetapi jumlah yang teradsorp tidak terlalu banyak sehingga slope grafiknya kecil. Interaksi molekul-molekul gas yang teradsorp pada dinding pori saling berhadapan mulai terjadi ketika tekanan mencapai  $P/P_0$  sekitar 0.7. pengaplikasian tekanan yang lebih tinggi lagi yaitu sampai  $P/P_0 = 1$  menyebabkan molekul-molekul gas memenuhi mesopori.

Kemudian tekanan diturunkan untuk desorpsi gas, kurva isothermal menunjukkan terjadinya loop histerisis dimana jumlah gas yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah gas yang teradsorp di awal. Pada tekanan yang sama, jumlah gas yang tertinggal di permukaan material ketika desorpsi masih lebih banyak dibandingkan ketika adsorpsi (Prasetyoko dkk., 2016)

Gambar 2.9 menunjukkan grafik Adsorpsi-Desorpsi Isothermal  $N_2$  pada material ZSM-5 disintesis oleh Luo dkk. (2017) yang dianalisis dengan menggunakan metode BET atau adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen. ZSM-5 yang disintesis memiliki rasio Si/Al sebesar 38. Hasil grafik tersebut menunjukkan grafik tipe IV berdasarkan pada kalisikasi fisisorpsi isotherm IUPAC, dapat dilihat dari loop histerisis yang dihasilkan yang menunjukkan karakteristik dari material mesopori (Vieira dkk., 2012) sehingga jumlah molekul  $N_2$  yang teradsorp tidak sama dengan molekul  $N_2$  yang terdesorp. Adanya histerisis menunjukkan terjadi kondensasi pori pada saat proses adsorpsi sehingga jumlah gas  $N_2$  yang terdesorp tidak sama dengan jumlah yang teradsorp.



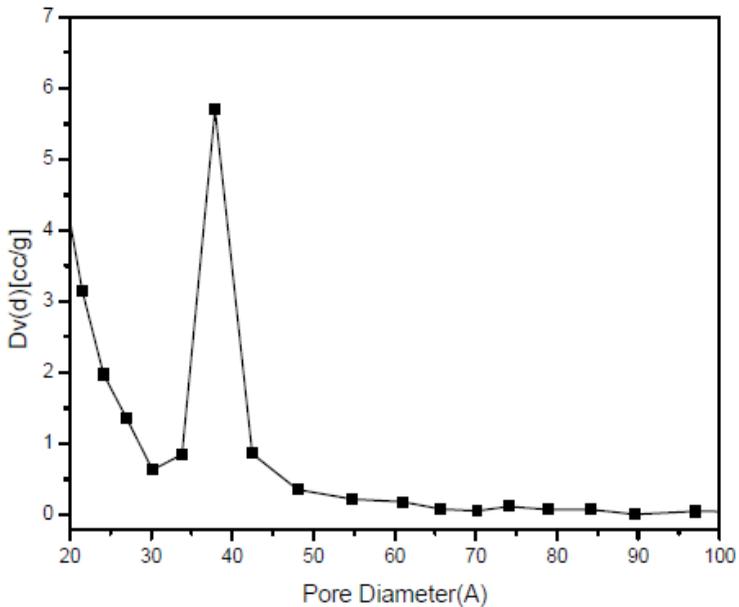
Gambar 2. 9 Grafik adsorpsi-desorpsi isotermal N<sub>2</sub> ZSM-5

#### 2.4.5 Analisis Ukuran Pori

Beberapa metode digunakan untuk menentukan ukuran pori di antaranta adalah Kelvin, Barret Joiner Halenda (BJH), Horvath dan Kavazoe (HK) dan model yang serupa (Saito-Foley), dan metode lainnya. Model Kelvin menghubungkan tekanan kesetimbangan pada desorpsi dengan jari-jari inti gas yang didesorp dari dalam mesopeori, model ini diaplikasikan ketika terjadi kondensasi kapiler. Model BJH juga didasarkan pada persamaan kelvin tetapi menggantikan jari-jari pada model kevin dengan ketebalan dari gas yang masih teradsorp. Metode ini dapat diaplikasikan ketika terjadi kondensasi kapiler pada isotermal tipe IV dan V. Metode HK dan SF digunakan perhitungan ukuran pori pada material mikropori (< 2 nm). Perbedaan metode HK dan Metode SF adalah pada geometri pori material, dimana metode HK diterapkan pada material berbentuk slit pada karbon

mikropori, sedangkan pada SF memperluas untuk pori berbentuk silindris yaitu pada material Zeolit mikropori atau silika (Prasetyoko dkk., 2016)

Gambar 2.10 merupakan hasil analisis distribusi diameter pori menggunakan model BJH dari material ZSM-5 yang disintesis oleh Luo dkk. (2017) dengan rasio Si/Al sebesar 38, dari data tersebut tampak bahwa distribusi diameter mesopori terjadi pada rentang 20-30 nm dan 33-42 nm. (Luo dkk., 2017). Ukuran pori didominasi oleh pori berukuran mikropori 3.8 nm.



Gambar 2. 10 Plot BJH Karakterisasi pori ZSM-5  
(Luo dkk., 2017)

## 2.5. Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul atau suatu akibat dari medan gaya pada permukaan

padatan (adsorben) yang menarik molekul-molekul gas, uap atau cairan (Oscik, 1982).

Atkins dan Paula (2010) mendefinisikan adsorpsi sebagai fenomena yang terjadi pada permukaan. Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa. Adsorpsi menyangkut akumulasi substansi adsorbat pada adsorben dan dalam hal ini dapat terjadi pada antar muka dua fasa. Fasa yang menyerap disebut adsorben dan fasa yang terserap disebut adsorbat..

Gaya tarik-menarik dari suatu padatan dibedakan menjadi dua jenis yaitu gaya fisika dan gaya kimia yang masing-masing menghasilkan adsorpsi fisika (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*). Adsorpsi fisika adalah proses intertaksi antara adsorben dengan adsorbat yang melibatkan gaya-gaya antar molekul seperti gaya Van der Waals, sedangkan adsorpsi kimia terjadi jika interaksi adsorben dan adsorbat melibatkan pembentukan ikatan kimia (Martell and Hancock, 1996).

Pada adsorpsi kimia terjadi pembentukan dan pemutusan ikatan, sehingga energi adsorpsinya berada pada kisaran yang sama dengan reaksi kimia. Ikatan antara adsorben dengan adsorbat cukup kuat sehingga tidak terjadi spesiasi, karena zat yang teradsorpsi menyatu dengan membentuk lapisan tunggal dan relatif reversibel. Batas minimal suatu adsorpsi dikategorikan sebagai kemisorpsi adalah memiliki harga energi adsorpsi sebesar 20,92 kJ/mol (Adamson, 1997).

Secara umum, faktor-faktor yang mempengaruhi dari proses adsorpsi adalah sebagai berikut:

a. Luas permukaan

Semakin luas permukaan adsorben, maka makin banyak zat yang teradsorpsi. Luas permukaan adsorben ditentukan oleh ukuran partikel dan jumlah dari adsorben.

- b. Jenis adsorbat  
Peningkatan polarisabilitas adsorbat akan meningkatkan kemampuan adsorpsi molekul yang mempunyai polarisabilitas yang tinggi (polar) memiliki kemampuan tarik-menarik terhadap molekul lain dibandingkan molekul yang tidak dapat membentuk dipol (nonpolar). Peningkatan berat molekul adsorbat dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi. Adsorbat dengan rantai yang bercabang biasanya lebih mudah diadsorpsi dibandingkan rantai yang lurus.
- c. Struktur molekul adsorbat  
Hidroksil dan amino mengakibatkan mengurangi kemampuan penyisihan sedangkan nitrogen meningkatkan kemampuan penyisihan.
- d. Konsentrasi adsorbat  
Semakin besar konsentrasi adsorbat maka semakin banyak jumlah substansi pada permukaan adsorben.
- e. Suhu  
Pemanasan atau pengaktifan adsorben akan meningkatkan daya serap adsorben terhadap adsorbat menyebabkan pori-pori adsorben lebih terbuka. Pemanasan yang terlalu tinggi menyebabkan rusaknya adsorben sehingga kemampuan penyerapannya menurun.
- f. Derajat keasamaan (pH)  
pH larutan mempengaruhi kelarutan ion logam, aktivitas gugus fungsi pada biosorben dan kompetisi ion logam dalam proses adsorpsi.
- g. Kecepatan pengadukan  
menentukan kecepatan waktu kontak adsorben dan adsorbat. Bila pengadukan terlalu lambat maka proses adsorpsi berlangsung lambat pula, tetapi bila pengadukan terlalu cepat kemungkinan struktur adsorben sepat rusak, sehingga proses adsorpsi kurang optimal.

h. Waktu kontak

penentuan waktu kontak yang menghasilkan kapasitas adsorpsi maksimum terjadi pada waktu kesetimbangan. Waktu kesetimbangan dipengaruhi oleh tipe biomassa (aktif atau tidak aktif), ion yang terlibat dalam system biosorpsi, konsentrasi ion logam.

### **2.5.1 Adsorpsi Isoterm**

Hubungan antara jumlah adsorbat yang terserap dengan konsentrasi adsorbat dalam larutan pada keadaan kesetimbangan dan suhu tetap dapat dinyatakan dengan isoterm adsorpsi. Adsorpsi isotermal pada keadaan tersebut, jumlah adsorbat (molekul teradsorp) merupakan fungsi dari tekanan (jika molekulnya dalam bentuk gas) atau sebagai fungsi dari konsentrasi pada keadaan suhu konstan.

Proses adsorpsi isoterm dapat dipahami melalui isoterm yang dihasilkan antara adsorbat konsentrasi liquid (10-30 mg/L) dan jumlah adsorbat terserap oleh unit massa adsorben pada suhu konstan (298 K). Pada hasil penelitian ini digunakan analisis data eksperimental menggunakan model adsorpsi isoterm Langmuir, Freundlich, Tempkin dan Dubinin-Radushkevich (D-R).

#### **2.5.1.1 Adsorpsi Isoterm Langmuir**

Adsorpsi isoterm Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi, yaitu adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (monolayer), panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, dan semua situs dan permukaannya bersifat homogen. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi. Persamaan Langmuir mengasumsikan bahwa

adsorpsi terjadi pada permukaan spesifik adsorben yang bersifat homogen (Langmuir, 1918; Ho, 2002). Selain itu, pada adsorpsi isoterm Langmuir hanya terbentuk satu lapisan tunggal saat adsorpsi maksimum, tiap atom hanya teradsorpsi pada lokasi tertentu di permukaan adsorben, dan tiap bagian permukaan hanya dapat menampung satu molekul atau atom. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut :

$$q_e = \frac{q_m \times K_L \times C_e}{1 + K_L \times C_e} \quad (2.6)$$

Di mana  $q_e$  (mg/kg) adalah jumlah adsorbat per satuan massa adsorben,  $C_e$  (mg/kg) adalah konsentrasi adsorbat pada kesetimbangan,  $q_m$  (mg/kg), dan  $K_L$  (mg/kg) adalah konstanta Langmuir yang terkait dengan kapasitas adsorpsi dan laju adsorpsi.

Parameter-parameter pada adsorpsi isoterm Langmuir dapat ditentukan dengan mengubah persamaan Langmuir menjadi persamaan linier berikut :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m} + \frac{1}{q_m \times K_L \times C_e} \quad (2.7)$$

Di mana nilai  $1/q_m$  dapat ditentukan dari intersep dari kurva plot  $1/q_e$  dengan  $1/C_e$ .

### 2.5.1.2 Adsorpsi Isoterm Freundlich

Persamaan empirik yang dikemukakan oleh Freundlich digambarkan untuk proses adsorpsi pada rentang konsentrasi yang kecil dan campuran yang bersifat cair, adsorpsi isoterm dapat digambarkan dengan Persamaan Isoterm Freundlich berdasarkan asumsi bahwa adsorben mempunyai permukaan yang heterogen dan tiap molekul mempunyai potensi penjerapan yang berbeda-beda. Persamaan ini merupakan persamaan yang paling banyak digunakan saat ini.

Persamaan Freundlich juga menunjukkan proses adsorpsi yang bersifat reversibel maupun ireversibel, dan tetap tidak terlarang untuk membentuk proses adsorpsi yang bersifat monolayer (Tarapitakcheevin, 2013).

Persamaan adsorpsi isoterm Freundlich adalah sebagai berikut (Freundlich, 1906):

$$Q_e = K_f \times C_e^{\frac{1}{n}} \quad (2.8)$$

kemudian persamaan tersebut direorganisasi dengan mengubahnya menjadi persamaan logaritma agar didapat persamaan linier sebagai berikut :

$$\text{Log}Q_e = \text{Log}K_f + \frac{1}{n}C_e \quad (2.9)$$

Di mana nilai  $K_f$  adalah konstanta isoterm Freundlich (mg/g),  $Q_e$  = jumlah mg yang teradsorpsi dalam setiap gram adsorbent atau kapasitas adsorpsi,  $C_e$  = konsentrasi sesudah adsorpsi dan  $n$  = intensitas adsorpsi (Dada, A.O., 2012). Nilai  $n$  berkisar dari nol sampai satu yang mencerminkan intensitas adsorpsi atau heterogenitas permukaan.

### **2.5.1.3. Adsorpsi isoterm Temkin**

Isoterm jenis ini mengandung faktor yang secara eksplisit berkaitan interaksi adsorben-adsorbat. Dengan mengabaikan sangat rendah ataupun tingginya nilai konsentrasi, model ini mengasumsikan bahwa energi atau panas adsorpsi (fungsi suhu) dari semua molekul di lapisan akan menurun secara linier dengan meningkatnya cakupan (*coverage*) (Temkin dan Levich, 1940), yang disebabkan oleh interaksi adsorben-adsorbat (Ananta. dkk., 2015), karena tolakan adsorbat-adsorbat dan adsorpsi adsorbat terdistribusi secara seragam di antara lapisan (Yadav. dkk., 2015).

Berikut adalah persamaan adsorpsi isotermal Temkin :

$$q_e = \frac{RT}{b_T} \ln C_e \quad (2.10)$$

dan bentuk linier dari persamaan dengan energi ikatan dapat ditulis sebagai berikut :

$$q_e = B_T \ln A_T + B_T \ln C_e \quad (2.11)$$

Dimana  $B_T = (RT)/b_T$ , dimana T merupakan suhu absolut, R adalah konstanta gas (8.314 J/mol K).  $b_T$  merupakan konstanta yang berhubungan dengan kalor dari adsorbs.  $A_T$  merupakan konstanta ikatan dalam keadaan setimbang (L/min) yang tergantung pada energi ikat maksimum dari adsorbat dan adsorben.

#### 2.5.1.4. Adsorpsi isoterm Dubinin Radushkevich (D-R)

Dubinin-Radushkevich isoterm umumnya diterapkan untuk menggambarkan mekanisme adsorpsi dengan distribusi energi Gaussian pada permukaan heterogen (Gunay. dkk., 2007), Dubinin-Radushkevich (D-R) Model isotermal memprediksi bahwa proses adsorpsi mengikuti mekanisme pengisian pori dan dinyatakan oleh suatu persamaan semi-empiris. Asumsi dari model ini adalah bahwa adsorpsi memiliki karakter multilayer, melibatkan gaya van der Waals dan berlaku untuk proses adsorpsi fisik (Ananta, 2015). D-R isotermal dapat diterapkan untuk memperkirakan energi bebas rata-rata adsorpsi (E), Dimana jika nilai E adalah antara 1 dan 16 kJ / mol, maka berlaku adsorpsi fisik, dan jika nilai lebih dari 16 kJ / mol, maka kemisorpsi berlaku (Dubinin dan Radushkevich, 1947).

Model adsorpsi isoterm D-R disajikan secara linear dengan persamaan seperti yang diberikan di bawah ini :

$$\ln q_e = \ln q_s - K_{ad} \times \varepsilon^2 \quad (2.12)$$

Dimana  $q_e$ ,  $q_s$ ,  $K_{ad}$ , adalah jumlah adsorbat pada adsorben pada saat kondisi setimbang (mg/g);  $q_s$  = kapasitas jenuh isotermal

teoritis (mg/g);  $K_{ad}$  = konstanta adsorpsi isothermal Dubinin–Radushkevich ( $\text{mol}^2/\text{kJ}^2$ ) dan  $\varepsilon$  = konstanta Dubinin–Radushkevich isothermal. Dimana  $\varepsilon$  dapat ditentukan menggunakan persamaan berikut :

$$\varepsilon = RT \ln\left(1 + \frac{1}{C_e}\right) \quad (2.13)$$

Dimana T adalah suhu absolut. Nilai  $q_m$  dan  $K_{ad}$  dapat ditentukan melalui intercept and slope dari plot grafik  $\ln q_e$  vs.  $\varepsilon^2$ .

Nilai energi yang akan digunakan untuk menentukan sifat adsorpsi yang merupakan rata-rata energi bebas permolekul adsorbat (kJ/mol) (Yadav, 2015),  $E$  dapat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$E = \frac{1}{\sqrt{2K_{ad}}} \quad (2.14)$$

(Dada, 2012)

## 2.5.2 Kinetika Adsorpsi

Studi kinetika adsorpsi menggambarkan tingkat penyerapan zat terlarut yang menentukan waktu tinggal dari serapan adsorbat pada antarmuka padatan-larutan termasuk proses difusi. Mekanisme adsorpsi tergantung pada sifat fisik dan kimia adsorben serta pada proses transfer massa (Tchobanoglous dkk., 2003). Model kinetika adsorpsi dapat dianalisis menggunakan persamaan kinetika reaksi orde pertama semu (Lagergren, 1898) dan orde kedua semu (Ho dkk., 2000) berikut :

### 1. Persamaan kinetika orde pertama-semu Lagergren

Persamaan kinetika orde pertama-semu lagergren menggambarkan proses adsorpsi pada sistem padat-cair yang berbasis kapasitas dari padatan (Ho dkk., 2004; Wong, 2003).

Persamaan umum dari kinetika reaksi orde pertama-semu adalah berikut:

$$\frac{dq}{dt} = K_{ad}(q_{eq} - q) \quad (2.15)$$

Dimana:

$q_{eq}$  : Jumlah ion adsorbat yang teradsorb per unit berat adsorben pada keseimbangan (mg/g)

$q$  : Jumlah kolesterol yang teradsorb per unit berat adsorben pada waktu  $t$  (mg/g)

$K_{ad}$  : Konstanta kecepatan adsorpsi orde satu semu (1/min)

Setelah dilakukan integrasi dengan batas, untuk  $t = 0, q = 0$  persamaan tersebut menjadi:

$$\log(q_{eq} - q) = \log q_{eq} - \frac{K_{ad}t}{2.303} \quad (2.16)$$

## 2. Persamaan kinetika orde kedua-semu Lagergen

Persamaan kinetika orde kedua-semu menunjukkan bagaimana laju adsorpsi dari sebuah adsorbat tergantung pada kapasitas penyerapan dari adsorben bukan pada konsentrasi adsorbat (Ho, 2000).

Persamaan kinetika laju adsorpsi orde dua semu dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{dq}{dt} = k(q_{eq} - q)^2 \quad (2.17)$$

di mana  $k$  adalah konstanta kecepatan adsorpsi orde dua semu (g/ mg.min). Pengintegrasian persamaan di atas dengan kondisi batas  $t=0, q=0$  didapat persamaan berikut :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{kq_{eq}^2} + \frac{t}{q_{eq}} \quad (2.18)$$

(Ho. dkk., 2006)

Intersep dari linearisasi persamaan kecepatan orde dua-semu adalah konstanta kecepatan orde dua,  $k$ . Kesesuaian antara data eksperimental dan nilai prediksi model diungkapkan oleh koefisien korelasi ( $R^2$ ), dimana nilai koefisien korelasi yang besar menunjukkan kecocokan data eksperimental terhadap model kinetika adsorpsi.

### **2.5.3 Metode Adsorpsi**

Operasi dalam proses adsorpsi dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa cara di antaranya adalah sistem batch dan sistem kolom. Pada pada sistem batch terjadi kontak yang konstan antara adsorben dan adsorbat. Sedangkan pada sistem kolom, proses adsorpsi dijalankan dengan sistem mirip filtrasi (Murdika, 2009).

Sistem batch dilakukan dengan mencampurkan adsorben pada larutan yang tetap jumlahnya dan diamati perubahan kualitasnya pada selang waktu tertentu. Berbeda pada sistem kolom, larutan selalu dikontakkan dengan adsorben sehingga adsorben dapat mengadsorp dengan optimal sampai kondisi jenuh yaitu pada saat konsentrasi efluen (larutan yang keluar) mendekati konsentrasi influen (larutan awal). Oleh karena itu, sistem kolom ini lebih menguntungkan karena pada umumnya memiliki kapasitas lebih besar dibandingkan dengan sistem batch, sehingga lebih sesuai untuk aplikasi dalam skala besar, berbeda dengan sistem batch yang sangat tidak cocok untuk diaplikasikan dalam dunia industri.

Pada penelitian ini, digunakan sistem batch, meski memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih rendah dari sistem kolom. Pada sistem batch dapat diketahui keadaan kesetimbangan dari proses adsorpsi yang terjadi (Khartikeyan, 2004).

### 2.5.4 Mekanisme Adsorpsi

Prediksi pada tahap penentu laju merupakan jalan terbaik untuk memahami mekanisme adsorpsi padat-cair. Dimana difusi intra partikel atau transfer massa eksternal yang keduanya bertanggungjawab terhadap transfer massa terlarut. Mekanisme Transfer massa melibatkan proses adsorpsi pada adsorben berpori, film dan difusi partikel (Yadav dkk., 2015).

Mekanisme adsorpsi dapat dijelaskan dengan menggunakan model difusi intra partikel. Proses adsorpsi terdiri dari beberapa tahap diantaranya pergerakan partikel dari luar adsorben ke permukaan adsorben dan kemudian diikuti oleh difusi molekul ke dalam pori. Difusi intra partikel umumnya merupakan proses yang lambat dan dianggap sebagai tahap penentu laju dalam proses adsorpsi. Selama proses adsorpsi menggunakan metode batch transfer partikel adsorbat menuju pori adsorbent merupakan tahap penentu laju. Adsorpsi intra partikel dinyatakan dengan persamaan Weber dan Morris (Ho dkk., 2000).

Model difusi intrapartikel Weber dan Morris direpresentasikan sebagai berikut:

$$q_t = K_{id}t^{\frac{1}{2}} \quad (2.19)$$

Dimana  $K_{id}$  merupakan konstanta laju difusi intra partikel ( $\text{mg/g min}^{1/2}$ ). Merujuk pada model ini, plot grafik dari partikel teradsorb versus akar kuadrat dari waktu kontak akan menghasilkan kurva berupa garis lurus yang melewati titik asal (0,0) (Weber and Morris, 1963). Ketika plot yang dihasilkan tidak melewati titik asal, hal tersebut mengindikasikan adanya berapa derajat kontrol difusi film dan difusi intrapartikel bukanlah satu-satunya penentu laju (Yadav dkk., 2015).

### 2.5.5 Termodinamika Adsorpsi

Proses adsorpsi dari adsorbat seringkali dipelajari dengan menghitung beberapa parameter termodinamik dari proses adsorpsi yaitu  $\Delta G^\circ$ ,  $\Delta H^\circ$  dan  $\Delta S^\circ$ ). penghitungan energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ) dari proses adsorpsi dapat dilakukan dengan persamaan (Chabani dkk., 2006):

$$\Delta G^\circ = -RT \ln K_d \quad (2.20)$$

Dimana R, T, dan  $K_d$  merupakan konstanta gas, suhu dan koefisien distribusi. The  $K_d$  dapat ditentukan dengan menghitungnya menggunakan persamaan berikut (Islam dan Patel, 2009) :

$$K_d = \frac{Q_e}{C_e} \quad (2.21)$$

Dimana  $Q_e$  merupakan jumlah adsorbat yang diadsorb per unit massa adsorbent, sedangkan  $C_e$  adalah konsentrasi dari adsorbat dalam larutan. entalpi ( $\Delta H^\circ$ ) and entropi ( $\Delta S^\circ$ ) dari proses adsorpsi dapat dihitung menggunakan *slope* dan *intercept* dari persamaan Van't di bawah ini (Gupta dan Bhattacharyya, 2005):

$$\ln K_d = -\frac{\Delta H^\circ}{RT} + \frac{\Delta S^\circ}{R} \quad (2.22)$$

Tanda negatif pada nilai energi gibss menunjukkan proses adsorpsi yang bersifat spontan. Nilai negatif yang lebih tinggi menunjukkan proses tersebut secara energetik lebih disukai dibanding dengan mekanisme yang lain. Sedangkan nilai negatif dari entalpi mengkonfirmasi sifat adsorpsi yang bersifat eksoterm. Tanda negatif pada entropi mengindikasikan rendahnya derajat kebebasan dari partikel adsorbat pada antarmuka padat-cair selama proses adsorpsi (Yadav dkk., 2015).

### 2.6 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri merupakan salah satu metode digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara

materi dengan cahaya. Peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut spektrofotometer. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmitan atau absorbans suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrofotometer merupakan gabungan dari alat optik dan elektronika serta sifat-sifat kimia fisiknya. Dimana detektor dapat mengukur intensitas cahaya yang dipancarkan secara tidak langsung cahaya yang diabsorbs. Tiap media akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu tergantung pada senyawa atau warna yang terbentuk (Riyanto, 2011).

Pada Spektrofotometer UV-Vis, sinar dari sumber cahaya akan dibagi menjadi dua berkas oleh cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melewati kuvet berisi blanko, sementara berkas kedua akan melewati kuvet berisi sampel. Blanko dan sampel akan diperiksa secara bersamaan. Adanya blanko, berguna untuk menstabilkan absorpsi akibat perubahan voltase dari sumber cahaya (Riyanto, 2011). Spektrofotometri UV-Vis mengacu pada hukum Lambert-Beer. Apabila cahaya monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan.

Berdasarkan hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang hamburkan:

$$T = \frac{I_t}{I_0} \text{ atau } \%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\% \quad (2.23)$$

dan absorbansi dinyatakan dengan rumus:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.24)$$

dimana  $I_0$  merupakan intensitas cahaya datang dan  $I_t$  adalah intensitas cahaya setelah melewati sampel. Rumus yang diturunkan dari Hukum Beer dapat ditulis sebagai:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c = a \cdot b \cdot c \quad (2.25)$$

dimana:

A = absorbansi

b = tebal larutan (tebal kuvet diperhitungkan umumnya 1 cm)

c = konsentrasi larutan yang diukur

$\epsilon$  = tetapan absorptivitas molar (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam molar)

a = tetapan absorptivitas (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm).

Faktor-faktor yang sering menyebabkan kesalahan dalam menggunakan spektrofotometer dalam mengukur konsentrasi suatu analit:

1. Adanya serapan oleh pelarut. Hal ini dapat diatasi dengan penggunaan blangko, yaitu larutan yang berisi selain komponen yang akan dianalisis termasuk zat pembentuk warna.
2. Serapan oleh kuvet. Kuvet yang ada biasanya dari bahan gelas atau kuarsa, namun kuvet dari kuarsa memiliki kualitas yang lebih baik.
3. Kesalahan fotometrik normal pada pengukuran dengan absorbansi sangat rendah atau sangat tinggi, hal ini dapat diatur dengan pengaturan konsentrasi, sesuai dengan kisaran sensitivitas dari alat yang digunakan (melalui pengenceran atau pemekatan)( Riyanto, 2011).

## **2.7 Dye (Pewarna)**

Pewarna merupakan senyawa yang memberikan dapat warna pada suatu material. Pewarna dapat terlihat berwarna/memberikan warna karena adanya gugus kromofor pada struktur dari zat pewarna yang dapat menyerap energi cahaya pada panjang gelombang daerah sinar tampak yaitu dari 400 hingga 700 nm (Zollingher, 1991). Penyerapan energi sinar tampak oleh zat warna terjadi akibat adanya transisi elektronik

pada orbital dengan energi yang berbeda dalam molekul zat warna, perbedaan tingkat energi antara kedua orbital tersebut menentukan panjang gelombang serapan sinar tampak pada zat warna (Allen, 1971). Pewarna dapat diklasifikasikan berdasarkan performa pewarnaan dan aplikasinya sebagaimana ditunjukkan pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Tipe Pewarna Industri

Grup	Aplikasi
Pewarna asam ( <i>Acid Dyes</i> )	Wol, kapas dan sutra
Pewarna basa ( <i>Basic Dyes</i> )	Fiber sintetik, kulit, wol dan sutra
Pewarna Azo ( <i>Azo Dyes</i> )	Pigmen dan tinta cetak
Pewarna Langsung ( <i>Direct Dyes</i> )	Selulosa dan kapas
Pewarna Vat ( <i>Vat Dyes</i> )	Selulosa dan kapas
Pewarna Reaktif ( <i>Reactive Dyes</i> )	Katun dan selulosa
Pewarna Sulfur ( <i>Sulphur Dyes</i> )	Selulosa dan kapas
Pewarna Mordan ( <i>Mordant Dyes</i> )	Katun, selulosa, wol dan sutra
Pewarna Dispersif ( <i>Dispersive Dyes</i> )	Fiber sintetik
Pewarna Flouresens ( <i>Flourescent Dyes/ Brighteners</i> )	Kulit, kapas dan fiber sintetik
Pewarna solvent ( <i>Solvent Dyes</i> )	Crayon, lilin, tinta, cat kayu

## 2.8 Auramin

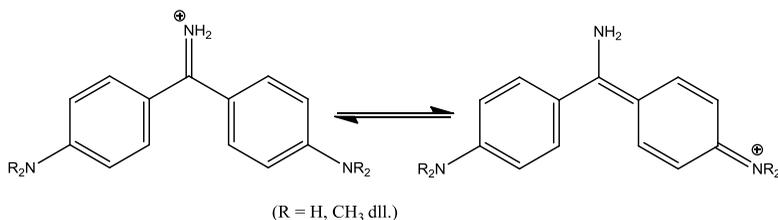
Auramin dan senyawa garam hidrokloridanya telah luas digunakan dalam pewarnaan kertas, tekstil, *leather* dan terkadang juga digunakan sebagai pewarna makanan (Mall dkk., 2007). Auramin ( $C_{17}H_{22}ClN_3$ ), bis [4-(dimetilamino) fenil] metaniminium klorida telah digunakan sebagai pewarna tradisional dalam pewarnaan silk, linen, katun, bambu dan kertas (Asfaram dkk., 2015). Senyawa tersebut terlarut dalam limbah air

yang dapat meningkatkan rasio COD (*chemical oxygen demand*) terhadap BOD (*biological oxygen demand*) dan memiliki resistansi yang tinggi terhadap aktivitas biodegradasi akibat kestabilan termal dan cahaya yang dimiliki senyawa pewarna tersebut (Singh dkk., 2016).

*International Agency for Research on Cancer* telah memasukkan senyawa tersebut ke dalam deretan senyawa kimia yang dapat memicu kanker (karsinogenik). Organisasi tersebut telah melakukan uji bioaktivitas auramin dalam tubuh hewan, dan auramin dapat mengalami biotransformasi membentuk spesi reaktif yang dapat menyerang organ tubuh hewan dan manusia.

Senyawa auramin termasuk jenis pewarna kationik yang memiliki ukuran yang relatif kecil, Auramin merupakan pewarna *fluorescent*, digunakan untuk *fluorescent staining*. Dalam struktur asalnya, auramin memiliki kristal jarum berwarna kuning. Senyawa tersebut terlarut dalam air dan etanol, senyawa tersebut sulit terdegradasi karena memiliki struktur aromatik kompleks (Khatri dan Tyagi, 2016).

Auramin merupakan senyawa kelompok diarilmetana yang seringkali digunakan dalam pewarnaan biologis (Kiernan, 2002). Pewarna auramin memiliki nilai C.I. sebesar 41000 dengan berat molekul = 298.80 dan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\max}$  = 432 nm). Struktur kimia zat warna Auramin ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 11 Struktur Kimia Zat Warna Auramin  
(Kiernan, 2002)

## **2.9 State of The Art**

### **2.9.1 Penggunaan ZSM-5 sebagai Material adsorben**

Penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya, di antaranya adalah Briao dkk. (2017) yang telah mensintesis ZSM-5 dengan memakai chitin sebagai template, zeolit yang telah disintesis digunakan untuk mengadsorp pewarna *crystal violet*. dosis maksimum yang dicapai pada 2 g/L dan pada pH operasi 7.5. kinetika adsorpsi yang diperoleh sesuai dengan kinetika orde kedua-semu dan model langmuir lebih sesuai untuk menggambarkan jenis adsorpsi isoterm yang terjadi. proses adsorpsi yang terjadi bersifat spontan dan endotermik.

Dong dkk. (2010) mengadsorp pewarna metilen biru menggunakan zeolit SBA-15 sebagai adsorben. sedangkan Lamia dkk. (2016) menggunakan ZSM-5 dengan pembentuk struktur pirolidon sebagai adsorben Metil hijau. Lamia dkk. (2016) menemukan bahwa jumlah metil hijau yang teradsorp meingkat dengan dengan peningkatan jumlah pewarna, kadar adsorben, waktu kontak, suhu dan pH. senada dnegan Briao dkk. (2017), Lamia dkk. (2016) menemukan bahwa isotermal langmuir dan kinetika orde kedua-semu lebih sesuai dalam menjelaskan proses adsorpsi. tetapi sifat termodinamik yang diperoleh menunjukkan bahwa adsorpsi bersifat eksotermik.

Jin dkk. (2014) menggunakan ZSM-5 yang dilapisi surfaktan (heksdesiltrimetilamonium bromida) sebagai adsorben pewarna anionik jingga II. hasil studi adsorpsi menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi dapat mencapai 38.96 mg/g dibandingkan dengan zeolit alam 8.13 mg/g. adsorpsi isoterm yang dilaporkan sesuai dengan persamaan isoterm freundlich dengan model kinetika orde kedua-semu dengan sifat termodinamika spontan-endotermik.

Adsorpsi metilen biru menggunakan ZSM-5 telah dilakukan oleh Handreck dan Smith (1988), selain itu Hammed dkk. (2015) juga menggunakan ZSM-5 sebagai pengadsorb pewarna metilen biru. dalam penelitiannya, hammed mengimpregkan larutan gula pada permukaan ZSM-5 dan dilanjutkan dengan proses karbonasi (SuZSM) yang dikompositkan dengan maerial besi *zero-valent* berskala nano. hasil adsorpsi menunjukkan kesesuaian dengan kinetika orde kedua-semu dan isoterm langmuir-freundlich sekaligus. nilai parameter termodinakika menunjukkan adsorpsi bersifat spontan-endotermis. nilai pH optimum adsorpsi diperoleh pada kondisi netral dengan waktu kontak dan kapasitas maksimum berturut-turut 60 menit dan 86.7 mg./g

Panic dan Velickovic (2013) menggunakan komposit hidrogel poli asam metakrilat untuk menurunkan kadar pewarna kaitonik *Basic Yellow* (BY28). hasil adosrpsi menunjukan kapasitas adsorpsi maksimum 180 mg/g. dengan kinetika sesuai dengan orde kedua-semu dan sifat isoterm nya bergantung pada kandungan aditif PMMA pada komposit.

Penggunaan ZSM-5 sebagai adsorben warna dasar juga dilakukan oleh Hassaninejad-Darzi (2017), Hassaninejad-Darzi (2017)mengadsorp warna dasar BB41, BR18 dan BR46. pada penelitian tersebut, ditemukan bahwa studi kesetimbangan adsorpsi mengindikasikan bahwa proses adsorpsi mengikuti model adsoprsi isotem langmuir dan memiliki model kinetika yang sesuai dengan orde kedua-semu. Hassaninejad-Darzi (2017)juga memperoleh bahwa kapasitas adsorpsi maksimum yang dapat dicapai adalah 96.96 mikromol/gram.

### **2.9.2 Penggunaan Auramin sebagai Adsorbat**

Beberapa peneliti telah melakukan penurunan kadar pewarna auramin dalam larutan menggunakan berbagai adsorben.

Mall dkk. (2007) menggunakan abu terbang dari baggas, karbon aktif kualitas komersil dan karbon aktif laboratorium yang dimodifikasi, hasil percobaan menunjukkan kesesuaian dengan model langmuir dengan kinetika orde kedua-semu dan berlangsung spontan. Adsorpsi auramin menggunakan karbon aktif juga dilakukan oleh peneliti lain, yaitu Qi dkk. (2014) dengan karbon aktif berbasis daun surganace dengan isothermal langmuir, kinetika orde kedua-semu dan difusi intraprtikel. Proses adsorpsi yang terjadi berlangsung spontan dan endotermis.

Ashfaram dkk. (2015) menggunakan Zns:Nanopartikel Cu pada karbon aktif untuk adsorpsi Auramin dan memperoleh hasil adsorpsi yang mengikuti model isoterm langmuir dan orde kedua-semu. Laribi dan Sahnoun (2016) juga memperoleh adsorpsi isothermal yang mengikuti persamaan langmuir dengan kinetika orde dua-semu. Hasil yang berbeda diperoleh oleh Khatri dan Tyagi, meski adsorpsi yang terjadi bersifat endotermik, isothermal adsorpsi mengikuti freundlich dan kinetika orde satu semu. Peneliti lain, Singh dkk. (2016) memperoleh model isoterm temkin, kinetika orde dua-semu dan sifat endotermis. Hasil yang menarik juga dilaporkan oleh Singh dkk. (2016) yang menggunakan *Biochar* kayu *Ganga imli* sebagai adsorben auramin. Dalam penelitian tersebut, Sing dkk. memperoleh kurva adsorpsi isoterm yang mengikuti Temkin, memiliki kinetika orde dua-semu dan bersifat endotermik.

Tabel 2. 2 Beberapa penelitian adsorpsi auramin menggunakan berbagai jenis adsorben

No	Material	Isoterm	Kinetika	Termodinamika	Referensi
1	Arang alami berbasis Biji kapas.	Freundlich	Orde-dua semu	-	Singh dkk., 2016
2	Daun <i>Globe Artichoke</i> yang dimodifikasi NaOH	Langmuir	-	Eksotermik	Laribi dan Sahmoune, 2016
4	ZnS:Nanopartikel Cu pada karbon aktif	Langmuir	Orde dua semu		Asfaram dkk., 2015
5	Arang alami kayu <i>Ganga Imli</i>	Temkin	Orde dua semu	Endotermik Monolayer	Singh dkk., 2016
6	<i>halloysite nanotubes</i>	Langmuir-Freundlich	Orde Satu semu	Spontan pada 303-323 K, dan endotermik.	Khatri dan Tyagi, 2016
7	Abu Terbang Baggas Karbon aktif-Komersial Karbon aktif-Laboratorium	Langmuir	Orde kedua-semu	Spontan	Mall dkk., 2007
8	Karbon aktif berbasis daun <i>Surganace</i>	Langmuir	Orde kedua semu dan difusi intrapartikel	Spontan, Endotermis dan $\Delta S > 0$	Qi dkk., 2014

Tabel 2. 3 Beberapa penelitian adsorpsi berbagai jenis pewarna menggunakan ZSM-5 sebagai adsorben

No	Material	Pewarna	Isotermal dan Kinetika	Termodinamika	Referensi
1	ZSM-5 dengan memakai chitin sebagai template	crystal violet	Langmuir, Orde Kedua-Semu	Spontan dan endotermik	Briao dkk., 2017
2	ZSM-5 dengan Pirolidin sebagai pembentuk rangka	Metil hijau	Langmuir, Orde Kedua-Semu	Spontan dan eksotermik	Lamia dkk., 2016
3	ZSM-5 yang dilapisi surfaktan	Jingga II	Freundlich, Orde Kedua-Semu	Spontan dan endotermik	Jin dkk., 2014
4	ZSM-5	Metilen Biru	-	-	Handreck dan Smith, 1988
5	ZSM-5 (SuZSM)	Metilen Biru	Langmuir-Freundlich, Orde Kedua-Semu	Spontan dan endotermik	Hammed dkk., 2015
6	Zeolite/PMMA	<i>Basic Yellow</i> (BY28)	Orde Kedua-Semu	-	Panic dan Velickovic, 2013
7	ZSM-5	BB41, BR18 BR46	Langmuir, Orde Kedua-Semu	-	Hassaninejad-Darzi, 2017

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer 250 mL, spatula, labu ukur, pipet volum, pipet tetes, pro pipet, corong kaca, tabung sentrifuge, sentrifuge, kaca arloji, botol timbang, gelas beker, botol semprot, kertas saring ukuran 0.45 mikrometer, hot plate, termometer, *timer/stopwatch*, *muffle furnace*, oven dan neraca analitik.

Instrumen yang digunakan pada percobaan ini adalah XRD (XPert MPD), FTIR (*Fourier transform infrared*) dengan standar KBr (FTIR-8400, SHIMADZU), *Scanning Electron Microscope* (SEM) ZEISS EVO MA 10, Adsorpsi-desorpsi nitrogen Quantachrome NovaWin dan Spektrofotometer UV-Vis Thermo GeneSYS.

#### **3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah NH<sub>4</sub>ZSM-5 yang disintesis dari Kaolin tanpa templat organik pada penelitian sebelumnya yang dilakukan Hartanto dkk. (2016) dengan rasio Si/Al 50, aquades dan serbuk pewarna auramin.

#### **3.3 Preparasi H-ZSM-5**

Preparasi zeolit H-ZSM-5 dilakukan menurut penelitian yang dilaporkan oleh Iryani dkk. (2017). Preparasi H-ZSM-5 diawali dengan melakukan kalsinasi zeolit Na-ZSM-5 yang dihasilkan pada proses sintesis selama 6 jam dalam udara atmosfer pada suhu 500 °C. Setelah proses kalsinasi, 1 gram zeolit Na-ZSM-5 dimasukkan dalam 20 mL larutan amonium klorida 0,6 M untuk proses pertukaran ion Na<sup>+</sup> dengan ion amonium, sehingga dihasilkan zeolit NH<sub>4</sub>-ZSM-5. Zeolit kemudian dicuci

menggunakan aquademin hingga pH larutan menjadi netral. Zeolit  $\text{NH}_4\text{-ZSM-5}$  selanjutnya dikalsinasi pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$  selama 6 jam untuk menghilangkan amonia pada padatan zeolit, sehingga terbentuk zeolit H-ZSM-5. Zeolit H-ZSM-5 ini yang selanjutnya disebut dengan ZSM-5 saja.

### **3.4 Karakterisasi Zeolit ZSM-5**

#### **3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)**

Material hasil sintesis dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X. Sumber sinar yang digunakan untuk pengukuran adalah radiasi  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1.5406\text{ \AA}$ ), dengan percepatan tegangan dan arus berturut-turut sebesar 40 kV dan 30 mA. Analisis dilakukan pada sudut  $2\theta$  dari  $5\text{-}40^\circ$  dengan interval scan  $0.017^\circ$ . Sampel ditempatkan pada *holder* yang telah disediakan. Hasil karakterisasi didapatkan data berupa kurva antara intensitas puncak difraksi sampel dan sudut  $2\theta$ .

#### **3.4.2 Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR)**

Analisa FTIR dilakukan untuk mengetahui keberadaan jenis gugus fungsi pada material Kaolin, ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 hasil sintesis yang akan digunakan sebagai adsorben. Spektra FTIR dideteksi pada bilangan gelombang 400 hingga  $1400\text{ cm}^{-1}$ . Sebelum dikarakterisasi material hasil sintesis dicampur dengan KBr dan digerus pada mortar agat hingga homogen. Kemudian sampel ditempatkan pada *pellet holder* untuk dikarakterisasi.

#### **3.4.3 *Scanning Electron Microscope* (SEM)**

Material ZSM-5 dikarakterisasi struktur morfologi kristal, ukuran partikel dan persebaran unsurnya dengan instrumen SEM. Preparasi sampel material Kaolin, ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 dilakukan dengan peletakan sedikit sampel

pada permukaan pan yang telah diberi tip karbon. Kemudian dilakukan proses *coating* untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang telah dicoating kemudian dimasukkan dalam *chamber* untuk dideteksi oleh detektor SEM.

#### **3.4.4 Adsorpsi Desorpsi Isotermal N<sub>2</sub>**

Karakterisasi adsorpsi desorpsi N<sub>2</sub> dilakukan untuk mengetahui luas permukaan material, volume pori dan diameter dari material hasil sintesis dengan alat *Gas Sorption Instrument*. Pengukuran dilakukan berdasarkan isotermal adsorpsi-desorpsi menggunakan gas nitrogen. Sebelum dilakukan analisa, preparasi sampel dilakukan digesting pada suhu 150 °C selama 24 jam. Hasil analisa didapatkan nilai P/Po dan nilai transformasi BET [1/W(P/Po)] untuk menghitung luas area menggunakan software Quantachrome NovaWin-Data *Acquisition and Reduction for NOVA instrument*.

#### **3.5 Pembuatan larutan induk pewarna auramin (1000 mg/L)**

Adsorpsi pewarna auramin dilakukan dengan cara pembuatan larutan induk (stok) pewarna auramin 1000 mg/L terlebih dahulu. Pertama, serbuk pewarna auramin ditimbang sebanyak 1 g. Serbuk kemudian dilarutkan dalam aquades pada gelas kimia 50 mL. Larutan auramin yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambah aquades hingga batas miniskus.

#### **3.6 Pembuatan larutan standar pewarna auramin (5; 25 ; 50 ; 75 ;100 mg/L)**

Pembuatan larutan standar dilakukan dengan cara pengenceran yang diambil dari larutan induk (1000 mg/L). Larutan auramin 100 mg/L dapat dihasilkan dari 10 mL larutan auramin (1000 mg/L) yang diencerkan dalam labu ukur hingga

mencapai volume 100 mL. Larutan auramin 75 mg/L dapat dihasilkan dari 7,5 mL larutan auramin (1000 mg/L) lalu diencerkan hingga 100 mL. Larutan auramin 50 mg/L dapat dihasilkan dari 5 mL larutan auramin (1000 mg/L) lalu diencerkan hingga 100 mL. Larutan auramin 25 mg/L dapat dihasilkan dari 2,5 mL larutan auramin (1000 mg/L) lalu diencerkan hingga 100 mL. Larutan auramin 5 mg/L dapat dihasilkan dari 0,5 mL larutan auramin (1000 mg/L) lalu diencerkan hingga 100 mL. Seluruh proses pengenceran tersebut dilakukan menggunakan labu ukur 100 mL.

### **3.7 Pembuatan larutan sampel auramin untuk proses adsorpsi(50, 100, 150, 200, 250 mg/L)**

Larutan auramin untuk proses adsorpsi dengan ZSM-5 disiapkan dalam lima variasi konsentrasi, yakni 50, 100, 150, 200 dan 250 mg/L. Variasi konsentrasi ini didapatkan dari pengenceran larutan auramin 1000 mg/L dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diambil 5 mL untuk 50 mg/L, 10 mL untuk 100 mg/L, 15 mL untuk 150 mg/L, 20 untuk 200 mg/L dan 25 untuk 250 mg/L, lalu masing-masing larutan dalam labu ukur 100 mL ditambahkan aquademin hingga batas.

### **3.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Auramin**

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan auramin menggunakan instrumen UV-Vis. Pengukuran absorbansi dilakukan pada masing-masing larutan standar pada panjang gelombang 432 nm Data konsentrasi dan absorbansi yang diperoleh selanjutnya diplotkan dengan konsentrasi sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y sehingga diperoleh persamaan regresi absorbansi terhadap konsentrasi larutan auramin.

### 3.9 Prosedur adsorpsi pewarna menggunakan ZSM-5

Proses adsorpsi dilakukan dengan metode *batch*. Sebelum proses adsorpsi, zeolit ZSM-5 dipanaskan pada suhu 200 °C selama 3 jam untuk menghilangkan kelembapan dan impuritas volatil lain. Proses aktivasi ZSM-5 dilakukan dengan merendam 25 gram zeolit ZSM-5 dalam 250 mL hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 50% wt) selama 24 jam pada suhu kamar. Campuran kemudian disentrifugasi dan dikeringkan dalam oven udara pada suhu 110 °C.

Proses adsorpsi dilakukan menggunakan 50 mL larutan pewarna yang telah ditentukan konsentrasinya dengan adsorben zeolit ZSM-5 sebanyak 0,05 gram pada suhu ruang dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Proses adsorpsi dilakukan pada pH 7 dengan waktu kontak selama 180 menit.

Pada percobaan ini, variasi dilakukan pada parameter konsentrasi adsorbat, suhu adsorpsi, dan waktu kontak. Rentang konsentrasi larutan adsorbat yang digunakan adalah 50, 100, 150, 200 dan 250 mg/L. Variasi waktu kontak yang digunakan adalah 0-180 menit. Rentang suhu adsorpsi yang digunakan adalah 30, 40 dan 50 °C.

Pada saat dilakukan variasi konsentrasi dan variasi waktu kontak, parameter lain dijaga tetap, yaitu pada pH 7, massa adsorben 0,05 gram. Sedangkan pada saat percobaan menggunakan variasi temperatur, dilakukan percobaan pada konsentrasi 250 ppm, dengan massa adsorben 0,05 gram, volume 50 mL dan waktu kontak 180 menit.

Persentase penurunan kadar pewarna di dalam larutan dan kapasitas adsorpsi pada kesetimbangan ( $q_e$ ) dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1 dan 3.2 berikut :

$$\% \text{ Penurunan kadar pewarna} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100\% \quad (3.1)$$

$$q_e = \frac{(C_i - C_e)}{m} \times V \quad (3.2)$$

Di mana  $q_e$  adalah kapasitas adsorpsi dalam mg/g,  $C_i$ ,  $C_f$ , dan  $C_e$  merupakan konsentrasi mula-mula, konsentrasi akhir, dan konsentrasi pada saat kesetimbangan. Sedangkan  $m$  dan  $V$  adalah berat adsorben dalam gram dan volume dari larutan stok yang digunakan dalam percobaan dalam satuan L.

### **3.10 Penentuan Model Isotermal, Kinetika dan Termodinamika Adsorpsi**

Analisis model adsorpsi isotermal dilakukan dengan persamaan adsorpsi isoterm Langmuir, Freundlich, Tempkin, dan Dubinin-Radushkevich (D-R). Data yang digunakan untuk menentukan model adsorpsi isotermal diperoleh dari percobaan dengan variasi konsentrasi awal adsorbat. Kesesuaian antara data eksperimen dan nilai model prediksi ditunjukkan dengan koefisien korelasi ( $R^2$ ).

Model kinetika adsorpsi Auramin pada ZSM-5 dianalisis menggunakan persamaan kinetika orde pertama-semu (Lagergren, 1898) dan orde kedua semu (Ho dkk., 2000). Data yang digunakan pada studi kinetika adsorpsi adalah data yang didapatkan dari percobaan dengan variasi waktu kontak. Kesesuaian antara data eksperimen dan nilai model prediksi ditunjukkan dengan koefisien korelasi ( $R^2$ ). Pada penelitian ini juga dilakukan analisis pengaruh Difusi intrapartikel pada laju reaksi. Analisis dilakukan dengan melakukan plot persamaan difusi intra partikel (persamaan 2.20).

Parameter termodinamika adsorpsi dilakukan dengan melakukan variasi suhu adsorpsi pada konsentrasi 250 ppm. Selanjutnya dilakukan plot terhadap hasil percobaan berdasarkan persamaan termodinamika pada persamaan 2.22

Tabel 3.2 menunjukkan macam-macam model kinetika adsorpsi dan beberapa model adsorpsi isotermal yang umumnya digunakan untuk menjelaskan fenomena adsorpsi.

Tabel 3. 1 Macam- macam model isotermal dan kinetika adsorpsi yang umumnya digunakan untuk menjelaskan fenomena adsorpsi

<b>Model kinetika Adsorpsi</b>	<b>Persamaan</b>
Model orde satu semu	$\log(q_e - q) = \log q_e - \frac{K_{ad}t}{2.303}$
Model orde dua semu	$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{kq_e^2} + \frac{t}{q_e}$
<b>Model Adsorpsi Isotermal</b>	<b>Persamaan</b>
Model Freundlich	$\log q_e = \text{Log}K_f + \frac{1}{n}C_e$
Model Langmuir	$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_m} + \frac{1}{q_m \times K_L}$
Model Temkin	$q_e = B_T \ln A_T + B_T \ln C_e$
Model Dubinin-Radushkevich (D-R)	$\ln q_e = \ln q_s - K_{ad} \times \varepsilon^2$

Keterangan :

$q_e$  dan  $q_t$  adalah kapasitas adsorpsi adsorben (mg/g) pada keadaan setimbang dan pada suatu waktu “t”

$k_{ad}$  adalah konstanta kinetika orde satu semu (s-1)

$k$  adalah konstanta kinetika orde dua semu (g/mg s)

$C_e$  adalah Konsentrasi adsorbat pada saat kesetimbangan (mg/L)

$K_F$  ((mg/g) / (mg/L), 1/n) dan  $n$  adalah konstanta

$q_m$  adalah  $q_{max}$  (mg / g)

$K_L$  (L/mg) adalah konstanta Langmuir terkait dengan kapasitas dan energi adsorpsi.

$A_T$  dan  $B_T$  adalah konstanta Temkin

*Halaman sengaja dikosongkan*

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Preparasi ZSM-5**

Preparasi zeolit H-ZSM-5 dilakukan menurut penelitian yang dilaporkan oleh Iryani dkk. (2017). Preparasi H-ZSM-5 diawali dengan melakukan kalsinasi zeolit Na-ZSM-5 yang dihasilkan pada proses sintesis selama 6 jam dalam udara atmosfer pada suhu 500 °C. Setelah proses kalsinasi, 1 gram zeolit Na-ZSM-5 dimasukkan dalam 20 mL larutan amonium klorida 0,6 M untuk proses pertukaran ion Na<sup>+</sup> dengan ion amonium, sehingga dihasilkan zeolit NH<sub>4</sub>-ZSM-5. Zeolit kemudian dicuci menggunakan aquademin hingga pH larutan menjadi netral. Zeolit NH<sub>4</sub>-ZSM-5 selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 6 jam untuk menghilangkan amonia pada padatan zeolit, sehingga terbentuk zeolit H-ZSM-5. Zeolit H-ZSM-5 ini yang selanjutnya disebut dengan ZSM-5 saja.

Padatan ZSM-5 kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa kristal dan kristalinitas padatan, spektroskopi inframerah untuk mengetahui vibrasi dan ikatan yang terbentuk, SEM untuk mengetahui morfologi kristal yang terbentuk dan adsorpsi-desorpsi isoterm N<sub>2</sub> untuk mengetahui luas permukaan dari material hasil sintesis.

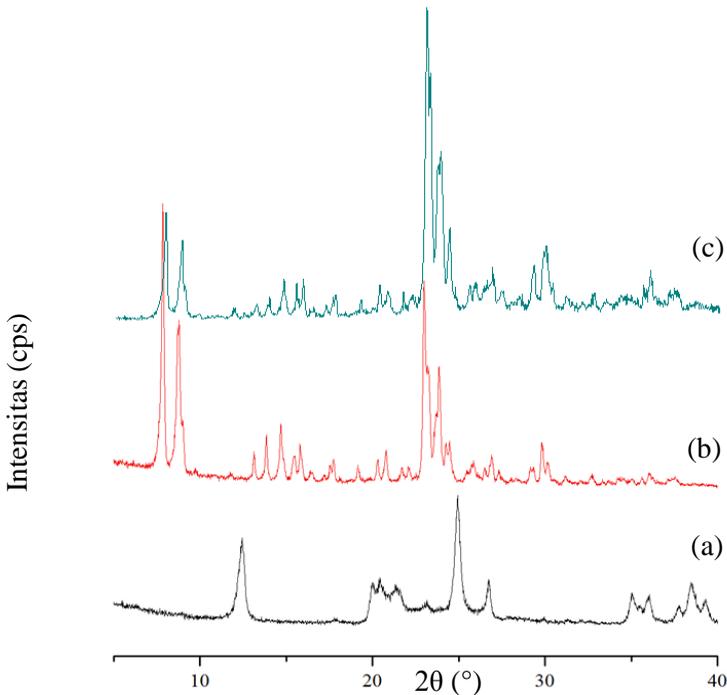
#### **4.2 Karakterisasi ZSM-5**

##### **4.2.1 Karakterisasi X-RD**

ZSM-5 yang telah berhasil disintesis dari kaolin tanpa templat organik oleh Hartanto dkk. (2016) yang digunakan sebagai asorben selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD dengan Philips X'Pert Powder sumber radiasi Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ). Pemindaian sudut  $2\theta$  dilakukan antara 5-40°. Karakterisasi

menggunakan XRD digunakan untuk menentukan struktur, fase kristal, dan kristalinitas dari padatan yang berhasil disintesis.

Pada penelitian ini, dilakukan perbandingan difraktogram XRD antara sampel kaolin dan sampel ZSM-5. Gambar 4.1 menunjukkan difraktogram dari kaolin Bangka (a), ZSM-5 komersial (Hartanto dkk, 2016) (b) dan ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.



Gambar 4. 1 Difraktogram (a) kaolin Bangka, (b) ZSM-5 Komersial (Hartanto dkk., 2016) dan (c) ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.

Difraktogram kaolin Bangka (Gambar 4.1(a)) menunjukkan adanya puncak- puncak difraksi pada  $2\theta$  (°) sebesar  $12,53^\circ$ ;  $19,95^\circ$ ;  $20,49^\circ$ ;  $21,42^\circ$ ;  $24,92^\circ$ ;  $25,02^\circ$ ;  $26,72^\circ$ ;  $35,09^\circ$ ;  $36,06^\circ$ ; dan  $38,56^\circ$ . Hal ini serupa dengan yang telah dilaporkan

Nisaa (2011) yaitu terdapat puncak pada  $12,34^\circ$  dan  $24,64^\circ$ . Berdasarkan Gambar tersebut, fase kaolinit merupakan kandungan utama dari kaolin, kandungan tersebut dapat dilihat dari intensitas fase kaolinit pada difraktogram XRD dari kaolin yang menunjukkan nilai yang sangat tinggi (Nisaa, 2011).

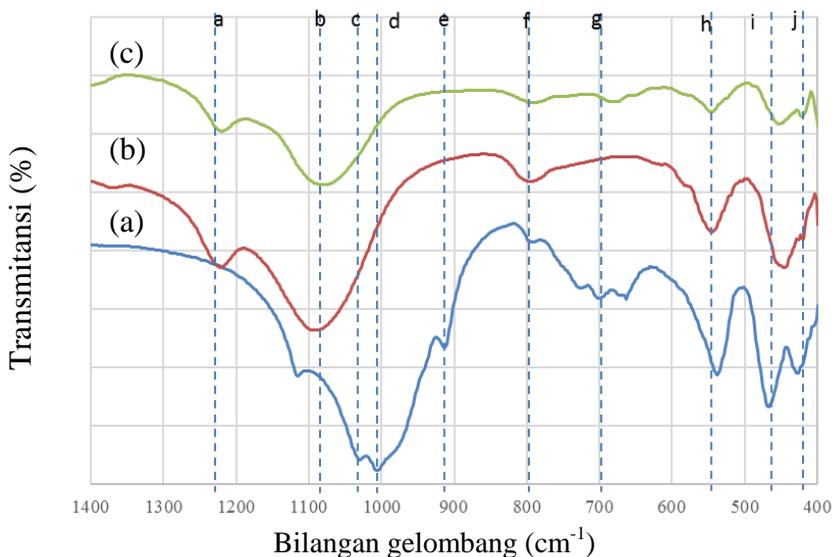
Gambar 4.1 (c) menunjukkan difraktogram ZSM-5 hasil sintesis yang digunakan sebagai asorben, pada difraktogram tersebut, tidak ditemukan lagi puncak-puncak spesifik dari kaolin yang mengindikasikan tidak adanya fase kaolinit pada padatan yang dianalisis dan hanya terdapat fase zeolit ZSM-5. Puncak-puncak yang diperoleh dari difraktogram ZSM-5 hasil sintesis menunjukkan puncak-puncak yang sangat identik dengan puncak yang diperoleh dari ZSM-5 komersial (Gambar 4.1(b)). Puncak-puncak ZSM-5 pada difraktogram ditunjukkan dengan nilai  $2\theta = 7,84; 8,78; 22,98; 23,20$  dan  $23,87$ . Puncak-puncak tersebut merupakan karakteristik dari kristal ZSM-5. Selain itu, pada Gambar 4.1 (c) juga menunjukkan adanya puncak yang tajam pada ZSM-5 yang berhasil disintesis. Hasil tersebut menunjukkan bahwa fasa ZSM-5 benar-benar berhasil terbentuk dengan kristalinitas yang tinggi. Rangkuman perbandingan puncak karakteristik dari ketiga difraktogram ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Hasil fasa dan produk yang terbentuk

Sampel	Fasa $2\theta$		Produk
	Kaolinit	ZSM-5	
Kaolin	$12,53^\circ; 19,95^\circ; 20,49^\circ; 24,92^\circ; 35,09^\circ; 36,06^\circ; 38,56^\circ$	-	Kaolin
ZSM-5 Komersial	-	$7,86; 8,79; 22,97; 23,29$ dan $23,84$	ZSM-5
ZSM-5 Sintesis	-	$7,84; 8,78; 22,98; 23,20$ dan $23,87$	ZSM-5

### 4.2.2 Karakterisasi FTIR

Sifat kimiawi dari ZSM-5 hasil sintesis ditentukan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Analisis gugus fungsi pada adsorben dilakukan menggunakan *pellet* KBr sebagai pelarut padat. Analisis ini digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada ZSM-5. Untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang ada pada ZSM-5 dilakukan dengan meletakkan 10 mg sampel Kaolin, ZSM-5 Komersil dan ZSM-5 hasil sintesis dan ditambahkan 100 mg KBr dalam FTIR dengan rentang bilangan gelombang 400-1400  $\text{cm}^{-1}$ . Karakterisasi menggunakan FTIR pada kaolin, ZSM- Komersil (Hartanto dkk., 2016) dan ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Spektra Inframerah sampel (a) kaolin, (b) ZSM-5 Komersial (Hartanto dkk, 2016), dan (c) ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.

Berdasarkan Gambar 4.2, spektra kaolin menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 428, 466, 538, 663, 700, 1006, 1030, 1649, 3448 dan 3695  $\text{cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang 1030  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur Si-O. Bilangan gelombang 700  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi perubahan bentuk Al-O-H. Bilangan gelombang 538  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi perubahan bentuk Al-O. Selain itu, bilangan gelombang 428 dan 468  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi perubahan bentuk Si-O. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1115 dan 1008  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi Si-O. Bilangan gelombang 912  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ikatan pada Si-OH. Sedangkan bilangan gelombang 795 dan 755  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur simetri Si-O-Si.

ZSM-5 komersial digunakan sebagai pembanding pada sampel ZSM-5 hasil sintesis yang akan digunakan sebagai adsorben. Puncak serapan ZSM-5 hasil sintesis berdasarkan hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan puncak serapan yang identik dengan puncak serapan ZSM-5 komersial. Sementara itu, spektra sampel ZSM-5 hasil sintesis pada Gambar 4.2 menunjukkan adanya lima puncak dengan bilangan gelombang antara 1219 dan 1088  $\text{cm}^{-1}$  yang dihasilkan dari adanya vibrasi ulur asimetrik dari ikatan TOT. Puncak pada bilangan gelombang 793  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris pada ikatan T-O-T; sedangkan pada bilangan gelombang 545  $\text{cm}^{-1}$  mendemonstrasikan adanya vibrasi kerangka cincin pentasil yang merupakan karakteristik struktur zeolit tipe-MFI dan puncak pada bilangan gelombang 451  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi *buckling* TOT, di mana T adalah Si atau Al (Armaroli dkk., 2016). Merujuk pada Mohamed (2005), puncak pada 451 dan 545  $\text{cm}^{-1}$  adalah karakter ZSM-5 kristalin yang berstruktur MFI. Hasil yang sama dilaporkan oleh Somani dkk. (2006) yang menemukan bahwa dengan kenaikan intensitas pada bilangan gelombang 550  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan konsentrasi struktur MFI yang lebih tinggi.

Rangkuman perbandingan puncak serapan dari Kaolin, ZSM-5 komersial dan ZSM-5 hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.2. Berdasarkan hasil analisis spektra FTIR menunjukkan adanya pemutusan ikatan pada kaolin dan mulai terbentuk ikatan-ikatan baru yang ditunjukkan pada spektra FTIR pada ZSM-5 di antaranya pada bilangan gelombang 1219 dan 545  $\text{cm}^{-1}$  yang keduanya merupakan ciri-ciri karakteristik dari material ZSM-5. Fenomena tersebut mendukung hasil analisis menggunakan XRD di mana pada difraktogram XRD ZSM-5 tidak ditemukan lagi fasa kaolinit karena telah seluruhnya berubah menjadi ZSM-5.

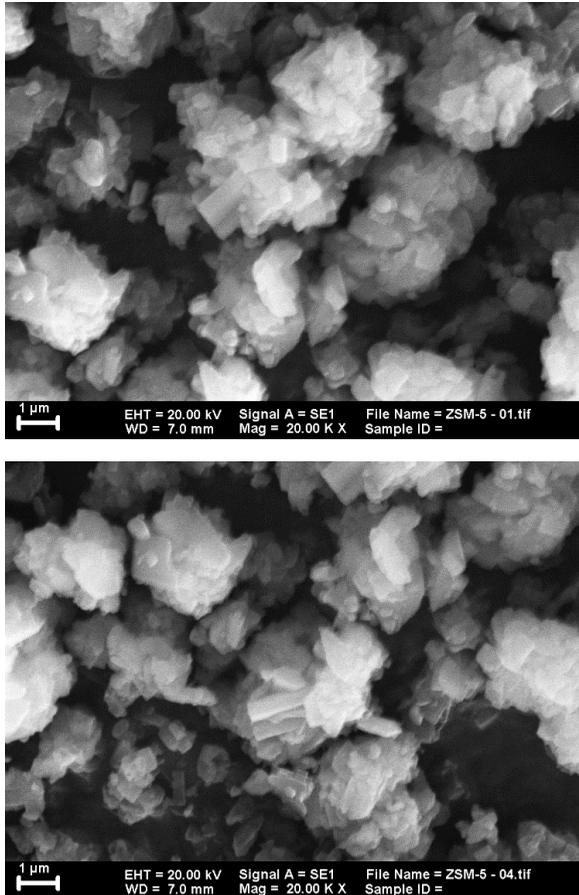
Tabel 4. 2 Hasil spektra FTIR dari kaolin, ZSM-5 komersial dan ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben.

Kode	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			Keterangan
	Kaolin	ZSM-5 komersial	ZSM-5 sintesis	
a	-	1220	1219	Vibrasi ulur asimetrik T-O-T
b	-	1091	1088	Vibrasi ulur asimetrik T-O-T
c	1030	-	-	Vibrasi ulur Si-O
d	1006	-	-	Vibrasi Si-O
e	912	-	-	Vibrasi Si-OH
f	795	792	790	Vibrasi ulur simetris T-OT
g	700	-	-	Perubahan bentuk Al-O-H.
h	-	548	545	Vibrasi Cincin pentasil
i	466	448	451	vibrasi perubahan ikatan Si-O, vibrasi <i>buckling</i> T-O-T
j	428	422	420	Perubahan ikatan Si-O

#### 4.2.3 Karakterisasi SEM

Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel kristal ZSM-5. Hasil analisis mikrograf SEM sampel ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.3 yang menunjukkan

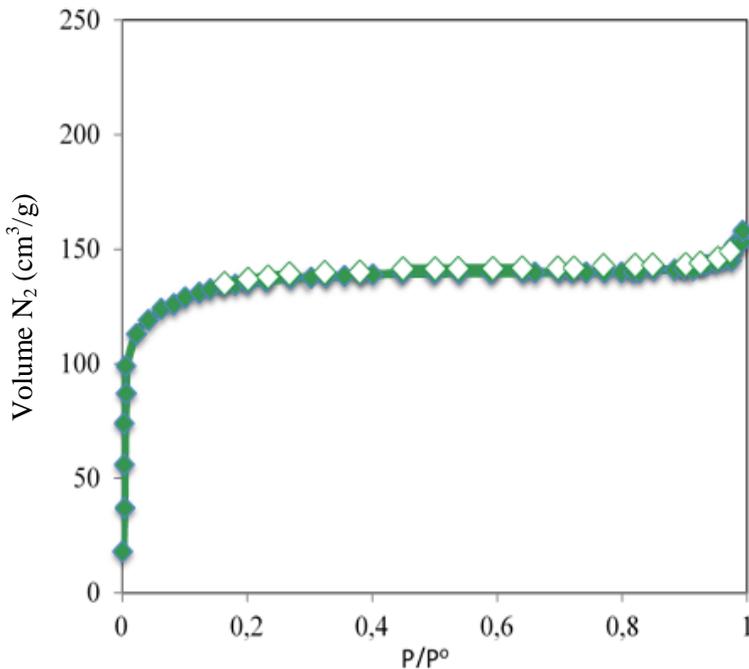
adanya kristal berbentuk persegi panjang dan tidak beraturan. Pada beberapa bagian terdapat ukuran kristal yang lebih besar yang berbentuk heksagon. Dapat disimpulkan bahwa berdasarkan mikrograf SEM, ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben memiliki morfologi kristal yang beragam.



Gambar 4. 3 Mikrograf dari ZSM-5 yang digunakan sebagai asorben menggunakan SEM (*Scanning Electron microscopy*).

#### 4.2.4 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen

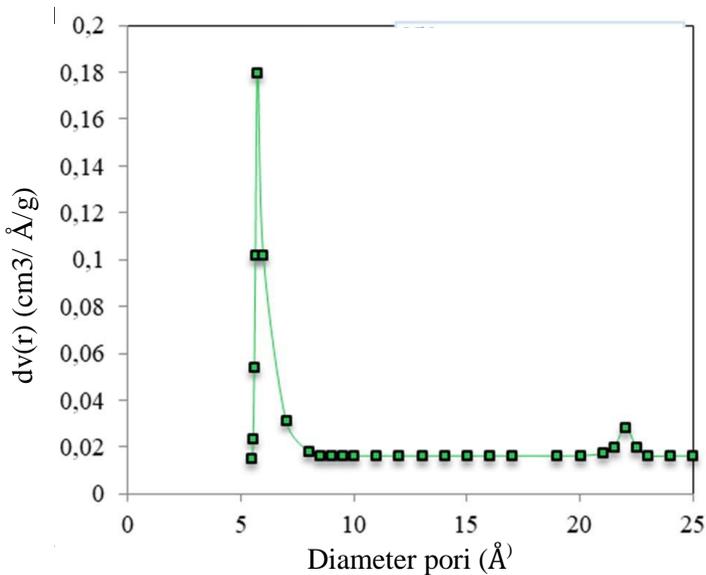
Karakterisasi adsorpsi-desorpsi nitrogen dilakukan untuk menentukan luas permukaan dan ukuran pori material hasil sintesis. Dalam karakterisasi adsorpsi-desorpsi  $N_2$  pengukuran luas permukaan digunakan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) dimana pada proses tersebut digunakan gas inert  $N_2$  sebagai adsorbat. Hasil yang diperoleh merupakan kurva isoterm yang didapatkan dari plot grafik volume  $N_2$  yang teradsorpsi dan terdesorpsi terhadap tekanan relatif gas ( $P/P_0$ ). Hasil karakterisasi Isoterm adsorpsi-desorpsi  $N_2$  pada material ZSM-5 yang digunakan sebagai adsorben ditampilkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4. 4 Isoterm adsorpsi-desorpsi  $N_2$  dari material ZSM-5 yang digunakan sebagai adsorben.

Dapat dilihat bahwa berdasarkan gambar 4.4, kurva isoterm adsorpsi-desorpsi ZSM-5 menunjukkan kurva tipe I menurut hasil klasifikasi IUPAC. Kurva tipe I ini menunjukkan ciri khas material mikropori dimana terjadi kenaikan volume secara cepat pada tekanan relative yang rendah. Hal ini dikarenakan molekul gas teradsorp berinteraksi dengan daerah yang berenergi pada permukaan padatan membentuk lapisan monolayer. Selanjutnya volume gas teradsorp mencapai nilai yang konstan yang dikarenakan semua permukaan telah terpenuhi oleh adsorbat. Jika diperhatikan lebih jelas, terdapat *loop* histerisis sempit pada daerah  $P/P_0$  0,4-0,8 Hal tersebut menunjukkan adanya distribusi pori berukuran meso namun dalam jumlah yang tidak terlalu banyak. Hasil Penentuan luas permukaan ZSM-5 dengan rasio Si/Al 50 menggunakan persamaan BET diperoleh luas permukaan sebesar  $333 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Data persebaran pori pada material ZSM-5 yang digunakan sebagai adsorben dilakukan menggunakan Plot S-F, dimana Plot S-F digunakan untuk menentukan dsitribusi pori berukuran mikro pada geometri pori berbentuk silindris. Data persebaran Pori ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.5 yang menunjukkan bahwa adanya persebaran pori berukuran mikro meso pada material hasil sintesis. Diameter pori pada material sebesar menunjukkan bahwa distribusi pori tertinggi pada ukuran  $5.72 \text{ \AA}$  dan sejumlah kecil berukuran  $20-23 \text{ \AA}$ . Ukuran pori tersebut menunjukkan bahwa material ZSM-5 yang digunakan sebagai adsorben memiliki karakteristik mikropori dan mesopori. Jumlah pori yang berukuran mikro lebih banyak dibanding dengan pori yang berukuran meso. Ukuran pori tersebut juga akan menentukan dalam penjerapan molekul zat warna.



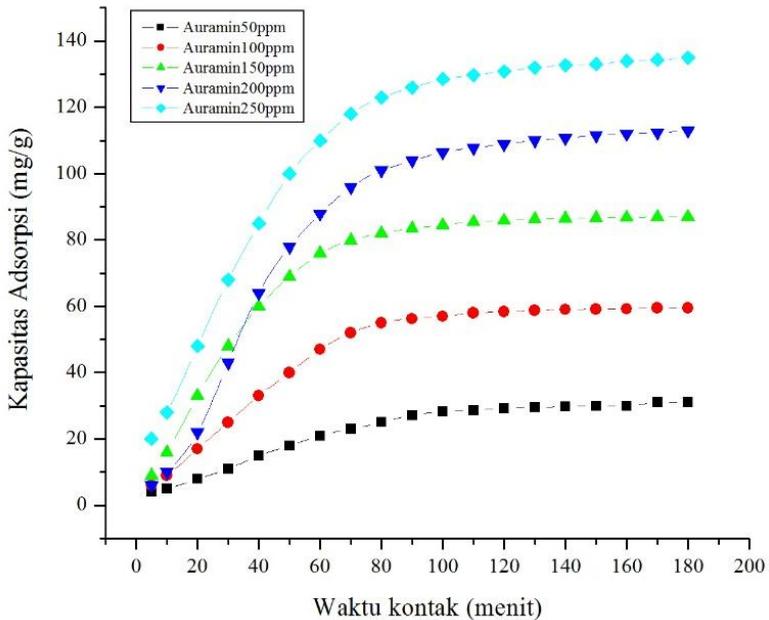
Gambar 4. 5 Distribusi ukuran pori pada ZSM-5 yang yang digunakan sebagai adsorben.

### 4.3 Studi Adsorpsi

#### 4.3.1 Pengaruh Waktu Kontak

Pengaruh waktu kontak dipelajari dengan melakukan variasi pada waktu kontak larutan pewarna dengan ZSM-5, yakni antara 5-180 menit. Parameter-parameter yang lain dibuat konstan yakni konsentrasi awal dari pewarna yang digunakan adalah 50-250 mg/L dengan suhu adsorpsi 30°C dan massa adsorben 0,05 gram. Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi zat warna auramin menggunakan ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.6.

Pada Gambar 4.6 kurva adsorpsi yang diperoleh dari penelitian ini bersifat tunggal, landai dan berlanjut hingga adanya penjumlahan dan mengindikasikan adanya kemungkinan penutupan monolayer pada permukaan adsorben oleh molekul-molekul adsorbat (Iryani dkk., 2017).



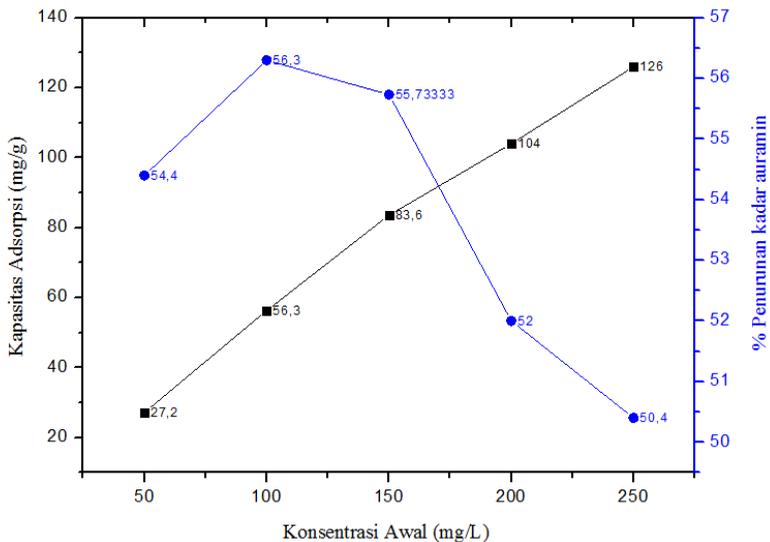
Gambar 4. 6 Pengaruh waktu kontak dan konsentrasi awal terhadap kapasitas adsorpsi auramin

Gambar 4.6 juga menunjukkan bahwa meningkatnya waktu kontak membuat kapasitas adsorpsi meningkat secara signifikan. Pada Gambar 4.6 ditunjukkan bahwa proses penyerapan zat warna oleh material adsorben berlangsung cepat pada permulaan adsorpsi dan menjadi konstan pada waktu kontak 90 menit untuk masing-masing konsentrasi. Proses adsorpsi berlangsung cepat pada permulaan, dikarenakan masih tingginya molekul adsorbat pada larutan sehingga menurunkan halangan transfer massa antara adsorben-adsorbat. Selain itu, konsentrasi yang tinggi pada permulaan adsorpsi menyebabkan adanya gaya dorong yang mempercepat proses penyerapan molekul pewarna pada permukaan adsorben. Penjenuhan sisi aktif adsorben

membuat laju adsorpsi menjadi konstan pada waktu kontak 90 menit (Singh dkk., 2016).

#### **4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Awal**

Pada penelitian ini, dilakukan investigasi pengaruh konsentrasi awal larutan zat warna untuk mengetahui konsentrasi awal optimum dalam menurunkan kadar zat warna auramin dalam larutan. Untuk mengetahui kondisi tersebut, dilakukan variasi konsentrasi awal larutan zat warna 50, 100, 150, 200 dan 250 mg/L dengan suhu, waktu kontak, dan dosis adsorben yang konstan, yaitu pada suhu 30 °C, 90 menit dan 0.05 gram ZSM-5. Pengaruh konsentrasi awal pada proses adsorpsi pewarna auramin menggunakan ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 4.7. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa penurunan kadar pewarna menurun dengan meningkatnya konsentrasi awal dari larutan adsorbat. Namun jumlah sesungguhnya yang teradsorpsi (kapasitas adsorpsi) mengalami peningkatan. Hal tersebut dapat dikarenakan adanya penjumlahan permukaan dan sisi aktif adsorben yang dapat menurunkan kadar %removal (Iryani dkk., 2017). Fenomena tersebut juga ditemukan dalam dua penelitian yang dipublikasikan oleh Singh dkk. (2016) pada kasus adsorpsi pewarna auramin, Singh dkk. menggunakan dua jenis adsorben yang berbeda yaitu *biochar* dari biji kapas yang dihilangkan kandungannya minyaknya serta *biochar* dari kayu *ganga imli*. Berdasarkan keadaan tersebut dapat dijelaskan bahwa pada kondisi tersebut konsentrasi awal pewarna mengalami peningkatan sedangkan jumlah adsorben dibiarkan tetap, kemampuan situs aktif untuk mengadsorpsi menjadi berkurang bahkan mencapai nilai nol, bila seluruh adsorben telah teradsorpsi, hal tersebut menyebabkan adanya sejumlah adsorben yang tidak teradsorpsi sehingga menurunkan nilai %removal.



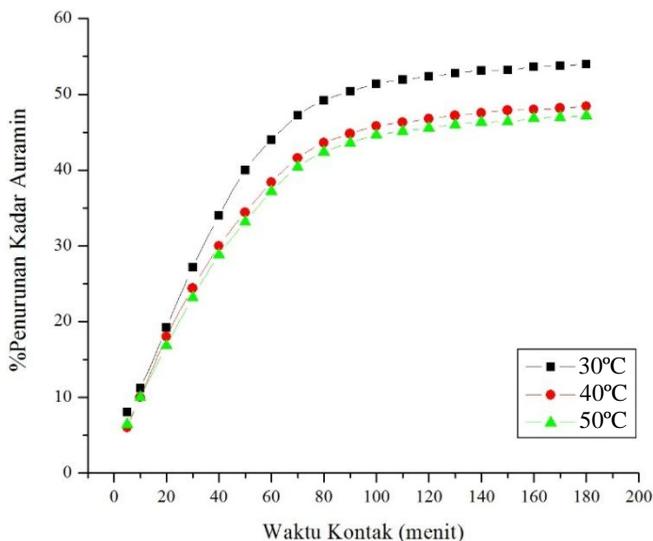
Gambar 4. 7 Pengaruh konsentrasi awal terhadap %penurunan kadar auramin (garis biru) dan kapasitas adsorpsi auramin (garis hitam) pada suhu 30°C, massa adsorben 0,05 gram, dan volume adsorbat 50 mL

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa meningkatnya konsentrasi awal zat warna meningkatkan pula kapasitas adsorpsi. Pada penelitian yang dilakukan oleh Singh dkk. (2016), kapasitas adsorpsi auramin pada *biochar* dari kayu *ganga imli* meningkat dengan peningkatan konsentrasi awal adsorbat. Hal tersebut diakibatkan oleh penurunan halangan transfer massa antara adsorben dan adsorbat pada saat terjadi perbedaan konsentrasi yang lebih besar. Pada awal proses adsorpsi, jumlah molekul adsorbat yang berkompetisi untuk mencapai sisi aktif pada permukaan sangat tinggi. Sedangkan pada konsentrasi rendah, yield adsorpsi menjadi lebih tinggi karena rasio yang kecil antara molekul pewarna dengan sisi aktif yang tersedia. Selain itu, pada konsentrasi yang tinggi menyebabkan *driving force* (gaya dorong)

molekul adsorbat menjadi lebih tinggi, sehingga jumlah molekul teradsorb lebih banyak (Laribi dan Sahmoune, 2016).

### 4.3.3 Pengaruh Suhu

Analisis pengaruh suhu pada proses adsorpsi dengan dilakukan pada variasi suhu adsorpsi antara 30, 40, 50 °C. Parameter adsorpsi yang lain dibiarkan konstan. Konsentrasi awal dan waktu kontak dari larutan pewarna auramin yang digunakan adalah berturut-turut 250 mg/L dan 90 menit, di mana keduanya merupakan konsentrasi dan waktu kontak dengan kapasitas tetinggi, sedangkan massa adsorben yang digunakan adalah 0,05 gram dengan volume larutan adsorbat sebesar 50 mL. Grafik analisis pengaruh suhu terhadap %penurunan kadar pewarna dalam larutan ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4. 8 Pengaruh suhu adsorpsi terhadap %penurunan kadar auramin pada suhu 30, 40, 50 °C, massa adsorben 0,05 g, konsentrasi awal 250 mg/L dan volume adsorbat 50 mL

Berasarkan Gambar 4.8 Grafik dan tren yang diperoleh menunjukkan bahwa laju penjerapan molekul adsorbat terjadi lebih cepat pada suhu rendah dan semakin menurun pada suhu tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya kenaikan suhu adsorpsi menyebabkan adanya peningkatan energi kinetik adsorbat yang dapat mengurangi kemampuan interaksi antara adsorben dan adsorbat (Iryani dkk., 2017).

#### **4.3.4 Adsorpsi Isotermal**

Proses adsorpsi dapat dengan baik dipahami melalui proses isoterm yang terjadi antara konsentrasi adsorbat dalam larutan (50-250 mg/L) dan jumlah adsorbat terserap oleh unit massa adsorben pada suhu konstan (30°C). Untuk mengetahui model adsorpsi yang terjadi, dalam penelitian ini digunakan analisis data eksperimental menggunakan model adsorpsi isoterm Langmuir, Freundlich, Temkin dan Dubinin-Radushkevich (D-R).

Data yang digunakan untuk menentukan model adsorpsi isotermal diperoleh dari percobaan dengan variasi konsentrasi awal adsorbat. Pada penelitian ini, dilakukan penghitungan nilai parameter-parameter penting dari masing-masing model adsorpsi isotermal. Nilai  $R^2$  dapat digunakan untuk menentukan model adsorpsi isotermal yang paling sesuai pada adsorpsi auramin menggunakan ZSM-5. Kesesuaian dari masing-masing model ditentukan dengan memilih model yang memiliki nilai  $R^2$  terdekat dengan angka 1. Tabulasi parameter-parameter model adsorpsi isotermal yang digunakan pada penelitian ini yaitu model-model adsorpsi isotermal Langmuir, Freundlich, Temkin dan Dubinin-Radushkevich. ditampilkan pada Tabel 4.3

Hasil dari penelitian ini diperoleh nilai  $R^2$  dari masing-masing model sebagai berikut: Dubinin-Radushkevich ( $R^2 = 0,8672$ ) < Freundlich ( $R^2 = 0,9124$ ) < Temkin ( $R^2 = 0,97$ ) < Langmuir

( $R^2 = 0,9912$ ). Hasil tersebut menunjukkan bahwa proses adsorpsi yang terjadi mengikuti mekanisme adsorpsi isotermaal langmuir.

Tabel 4. 3 Konstanta isoterm berbagai model adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5 pada suhu 30°C.

Adsorpsi Isotermaal	Parameter	Keterangan
Langmuir	$Q_m$	416,6667
	$K_L$	0,0042
	$R^2$	0,9912
Freundlich	$1/n$	0,0148
	$K_F$	28,8786
	$R^2$	0,9124
Temkin	$b$	43,6472
	$At$	0,0800
	$R^2$	0,9700
Dubinin-Radushkevich	$\beta$	0,0001
	$Q_m$	109,4535
	$E$	79,0569
	$R^2$	0,8672

Model adsorpsi isoterm Langmuir mengasumsikan bahwa seluruh sisi aktif adsorpsi memiliki afinitas yang sama, selain itu proses adsorpsi pada satu sisi aktif tidak tergantung pada sisi aktif lainnya. Isoterm Langmuir dapat diinterpretasi untuk menentukan kondisi adsorpsi menggunakan parameter-parameter tanpa dimensi,  $K_L$ . Nilai dari parameter  $K_L$  menjadi penanda tipe isotermaal, jika nilai  $K_L=0$  menunjukkan proses adsorpsi yang ireversibel, proses adsorpsi yang disukai (favorabel) ditunjukkan dengan nilai  $0 < K_L < 1$ , proses adsorpsi isotermaal linier

ditunjukkan dengan nilai  $K_L=1$ , sedangkan bila nilai  $K_L>1$  proses adsorpsi yang terjadi merupakan fenomena yang tidak disukai (unfavorabel). Bila proses adsorpsi yang terjadi menunjukkan proses adsorpsi isotermal yang lebih disukai, maka adsorben yang digunakan merupakan adsorben yang sesuai untuk jenis adsorbat tersebut (Sing dkk., 2016). Pada penelitian ini, nilai  $K_L$  dari persamaan langmuir sebesar 0,0041 yang menunjukkan bahwa proses adsorpsi tersebut disukai, sehingga adsorben yang digunakan yaitu ZSM-5 sesuai untuk digunakan dalam penjerapan molekul pewarna auramin dalam larutan.

Berdasarkan teori adsorpsi isoterm langmuir, persamaan langmuir mengasumsikan bahwa adsorpsi terjadi pada permukaan spesifik dalam adsorben homogen (Langmuir, 1998; Ho dkk., 2000) Selain itu, pada adsorpsi isotermal langmuir, hanya terbentuk maksimum satu lapisan adsorpsi, masing-masing atom teradsorp hanya pada satu lokasi spesifik pada permukaan adsorben, dan masing-masing bagian dari permukaan adsorben hanya mengikat satu molekul atau atom. Adsorpsi isotermal tipe ini dapat digunakan untuk menentukan kapasitas adsorpsi tertinggi yang berkaitan dengan penutupan monolayer sempurna pada permukaan ZSM-5 (Yahya dkk., 2008). Nilai  $Q_m$  (Kapasitas adsorpsi maksimum teoritis) dari hasil adsorpsi yang dilakukan pada suhu 30 °C ditunjukkan pada Tabel 4.1. Nilai  $Q_m$  maksimum adalah 416,67 mg/g.

Adsorpsi isotermal Freundlich digunakan untuk menggambarkan proses adsorpsi yang memiliki kebiasaan heterogen non ideal. Keadaan adsorpsi dapat dicerminkan dengan nilai dari parameter  $K_f$ . Nilai dari  $K_f$  menunjukkan kapasitas adsorpsi relatif adsorben (Singh dkk., 2016). Pada adsorpsi auramin menggunakan ZSM-5 pada suhu 30 °C nilai konstanta  $K_f$  adalah 144,4018 mg/g. sedangkan nilai parameter  $1/n$  yang menunjukkan heterogenitas permukaan adsorben sebesar 0,0148.

Nilai  $1/n$  yang dihitung menggunakan model freundlich tersebut sangat jauh dari 1, yang menunjukkan heterogenitas permukaan adsorben yang rendah (Ajemba, 2014).

Model isothermal yang lain adalah model isothermal Temkin. Model tersebut telah dikembangkan pada konsep adsorpsi kimia (kemisorpsi). Model tersebut mengasumsikan bahwa kalor adsorpsi molekul adsorbat secara linier menurun dengan meningkatnya lapisan permukaan adsorben yang tertutupi oleh molekul adsorbat. Hal tersebut diakibatkan oleh adanya interaksi adsorben-adsorbat. Konstanta kesetimbangan ikatan (*The equilibrium binding constant*),  $bT$  (mol/g) pada proses adsorpsi kimia juga dapat ditentukan menggunakan model adsorpsi isothermal Temkin. Konstanta kesetimbangan ikatan yang dieproleh pada penelitian ini adalah 43,6472 mol/gram.

Model adsorpsi terakhir yang digunakan pada penelitian ini adalah Model adsorpsi isothermal yang diusulkan Dubinin-Radushkevich yang seringkali digunakan untuk mengetahui porositas dari energi bebas,  $E$  dan karakteristik proses adsorpsi. Model isothermal Dubinin-Radushkevich umumnya diterapkan untuk menggambarkan mekanisme adsorpsi dengan distribusi energi Gaussian pada permukaan yang heterogen (Gunay. dkk., 2007), Model isothermal Dubinin-Radushkevich (D-R) memprediksi bahwa proses adsorpsi mengikuti mekanisme pengisian pori dan dinyatakan oleh suatu persamaan semi-empiris. Asumsi dari model ini adalah bahwa adsorpsi memiliki karakter multilayer, melibatkan gaya Van Der Waals dan berlaku untuk proses adsorpsi fisik (Ananta, 2015).

Model isothermal Dubinin-Radushkevich (D-R) juga dapat diterapkan untuk memperkirakan energi bebas rata-rata dari proses adsorpsi ( $E$ ). Nilai energi bebas rata-rata permolekul adsorbat (kJ/mol)  $E$  menentukan tipe proses adsorpsi. Jika nilai  $E$  berada pada rentang 1-16 kJ / mol, maka berlaku adsorpsi fisik,

dan jika nilai E lebih dari 16 kJ / mol, maka kemisorpsi berlaku (Dubininand Radushkevich, 1947).

Nilai E dapat dihitung menggunakan persamaan 3.4. Nilai E yang didapat pada percobaan ini adalah sebesar 79,057 kJ/mol pada suhu 303 K. Hasil tersebut menunjukkan bahwa adsorpsi yang terjadi merupakan adsorpsi kimia. Hasil perhitungan dan penentuan konstanta isotherm, dan nilai koefisien korelasi pada berbagai model adsorpsi ditunjukkan pada Tabel 4.3

#### **4.3.5 Kinetika Adsorpsi**

Kinetika adsorpsi auramin menggunakan adsorben ZSM-5 dianalisis menggunakan persamaan kinetika orde pertama-semu (Lagergren, 1898) dan orde kedua semu (Ho dkk., 2000) serta Difusi Intrapartikel. Data yang digunakan pada studi kinetika adsorpsi adalah data yang didapatkan dari percobaan dengan variasi waktu kontak menggunakan adsorben ZSM-5 pada konsentrasi awal 250 mg/L dan pada suhu 303 K. Kesesuaian antara data eksperimen dan model prediksi diekspresikan dalam koefisien korelasi ( $R^2$ ). Nilai masing-masing koefisiensi korelasi ditunjukkan pada Tabel 4.4

Model kinetika orde pertama-semu digunakan dalam prediksi kinetika adsorpsi dengan melakukan plot  $\ln (q_e - q_t)$  versus t (waktu). Pada hasil plot tersebut diperoleh garis lurus dengan slope bernilai negatif yang menunjukkan bahwa nilai konstanta adsorpsi langmuir ( $K_L$ ) bernilai negatif, dan diperoleh nilai intersep sebagai  $\ln Q_e$ . Merujuk pada nilai koefisien korelasi atau  $R^2$  menunjukkan nilai yang mendekati 1, tetapi nilai tersebut lebih rendah dibandingkan dengan kinetika orde-kedua semu.

Di sisi lain, plot  $t/q_t$  versus t juga digunakan untuk melakukan analisis kesesuaian kinetika adsorpsi dengan model kinetika orde kedua-semu. Perbandingan nilai  $R^2$  pada masing-masing model kinetika yang digunakan menunjukkan bahwa

koefisien korelasi tertinggi ditunjukkan oleh tipe kinetika orde kedua semu. Hal tersebut dapat disimpulkan bahwa adsorpsi auramin menggunakan ZSM-5 terjadi secara kimia. Fenomena tersebut dikarenakan pada orde kedua-semu, laju reaksi ditentukan oleh dua variabel yaitu konsentrasi adsorbate dan konsentrasi situs aktif pada permukaan adsorben.

Tabel 4. 4 Parameter kinetika berbagai model kinetika adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5 pada suhu 303 K

Kinetika	Parameter	
Orde Satu Semu	K	0,0301
	Q <sub>e</sub>	148,18
	R <sup>2</sup>	0,9904
Orde Dua Semu	K	0,0058
	Q <sub>e</sub>	1,2659
	R <sup>2</sup>	0,9942
Difusi Intrapartikel	K	10,550
	C	12,113
	R <sup>2</sup>	0,8874

Laju adsorpsi dikontrol oleh beberapa faktor di antaranya adalah difusi partikel terlarut pada larutan menuju lapisan film di sekeliling partikel adsorben, difusi dari medium menuju permukaan partikel, difusi dari permukaan menuju situs internal (difusi permukaan atau difusi pori) dan penjerapan yang dapat melibatkan beberapa mekanisme seperti adsorpsi fisikokimia, pertukaran ion, pengendapan dan pengompleksan (Gercel dkk., 2007; Wu dkk., 2001; Harni dkk., 2013). Mekanisme terpenting yang mengendalikan kinetika adsorpsi adalah mekanisme difusi seperti pada bagian awal kurva yang terjadi dikarenakan adanya

difusi eksternal dan adsorpsi permukaan yang cepat (Venkata dkk., 2002).

Pada teori adsorpsi, mekanisme difusi intra partikel dapat dinyatakan dengan persamaan Weber dan Morris. Berdasarkan persamaan Weber dan Morris, plot grafik dari partikel teradsorb versus akar kuadrat dari waktu kontak akan menghasilkan kurva berupa garis lurus (linier) yang melewati titik asal (0,0) (Weber dan Morris, 1963). Ketika plot linier dari persamaan Weber dan Morris menunjukkan nilai  $C=0$ , hal tersebut dapat disimpulkan bahwa, mekanisme difusi intrapartikel merupakan satu-satunya tahap penentu laju dalam adsorpsi. Tetapi, ketika plot yang dilakukan tidak menghasilkan kurva yang melewati titik asal atau memiliki intersep tidak sama dengan nol, maka hal tersebut mengindikasikan bahwa pada proses adsorpsi, derajat kontrol difusi film dan difusi intrapartikel bukanlah satu-satunya penentu laju.

Pada penelitian ini, Hasil plot Weber dan Morris tidak menghasilkan kurva linier. Selain itu, kurva yang dihasilkan tidak melewati titik asal (0,0). Hasil pada kurva yang non linier bermakna bahwa proses adsorpsi diidentifikasi mengalami dua fase, yaitu pada fase pertama adalah daerah difusi *bulk*. Fase kedua adalah halangan transfer massa eksternal dan yang ketiga adalah halangan transfer massa intrapartikel (Ojedoku dan Bello, 2017). Hasil tersebut juga menunjukkan bahwa Difusi intra partikel bukan merupakan satu-satunya tahap yang menentukan laju adsorpsi auramin pada ZSM-5.

#### **4.3.6 Termodinamika Adsorpsi**

Proses adsorpsi auramin menggunakan adsorben ZSM-5 diteliti dengan menghitung beberapa parameter termodinamik di antaranya  $\Delta G^\circ$ ,  $\Delta H^\circ$  dan  $\Delta S^\circ$ . Parameter termodinamika merupakan aspek penting dalam studi adsorpsi, parameter

tersebut memberikan penjelasan yang lebih baik mengenai pengaruh suhu pada proses adsorpsi. Parameter termodinamika pada adsorpsi pewarna auramin dengan ZSM-5 ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Parameter termodinamika adsorpsi Auramin menggunakan ZSM-5

$\Delta H^\circ(\text{kJ/mol})$	$\Delta S^\circ(\text{kJ/mol})$	$\Delta G^\circ (\text{kJ/mol})$		
		303 K	313 K	323 K
6,130	0,038	-5,355	-5,734	-6,113

Penghitungan energi bebas Gibbs ( $\Delta G^\circ$ ) dari proses adsorpsi dapat dilakukan dengan Persamaan 2.16 (Chabani dkk., 2006). Nilai entalpi ( $\Delta H^\circ$ ) dan entropi ( $\Delta S^\circ$ ) dari proses adsorpsi dapat dihitung menggunakan slope dan intercept dari Persamaan 2.22.

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa  $\Delta G^\circ$  adsorpsi pewarna auramin dengan ZSM-5 memiliki nilai negatif pada setiap suhu adsorpsi. Fenomena tersebut menunjukkan bahwa proses adsorpsi berjalan secara spontan. Nilai negatif dari  $\Delta G^\circ$  yang cukup besar menjelaskan bahwa secara energetik, proses adsorpsi tersebut lebih disukai dibanding mekanisme adsorpsi lainnya. Nilai  $\Delta G^\circ$  pada penelitian ini semakin menurun dengan kenaikan suhu, hal tersebut menunjukkan pada suhu yang lebih tinggi, terjadi penurunan gaya dorong yang mengakibatkan terjadinya penurunan proses adsorpsi molekul adsorbat pada adsorbent (Tan dkk., 2007). Hal tersebut sesuai dengan hasil yang diperoleh dimana kapasitas adsorpsi auramin menggunakan ZSM-5 menurun dengan meningkatnya suhu adsorpsi. Nilai negatif dari  $\Delta G^\circ$  adsorpsi juga menunjukkan bahwa adsorpsi berlangsung secara spontan pada setiap suhu 30, 40 dan 50°C. Spontanitas

adsorpsi auramin juga diperoleh oleh Khatri dan Tyagi (2016), Mall dkk. (2007) dan Qi dkk., 2014 menggunakan berbagai jenis adsorben telah mereka preparasi.

Di sisi lain, nilai positif pada  $\Delta S^\circ$  mengindikasikan adanya peningkatan ketidakteraturan (entropi) yang terjadi pada antar muka padatan-larutan selama proses adsorpsi. Nilai  $\Delta S^\circ$  yang positif ini menunjukkan jika proses adsorpsi juga cenderung terjadi secara spontan sebagaimana diindikasikan dari nilai energi bebas Gibbs nya. Hasil penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian Qi dkk. (2014) yang juga menemukan bahwa adsorpsi auramin menggunakan karbon aktif berbasis daun tebu juga memiliki nilai  $\Delta S^\circ > 0$ .

Nilai  $\Delta H^\circ$  yang diperoleh dari penelitian ini adalah 6,130 kJ/mol. Nilai  $\Delta H^\circ$  positif diperoleh pada adsorpsi auramin dengan ZSM-5 yang menunjukkan proses adsorpsi yang berlangsung secara endotermik. Sifat endotermik pada adsorpsi auramin juga diperoleh pada penelitian sebelumnya. Penelitian yang dilakukan oleh Singh dkk. (2016) menggunakan arang alami dari kayu *Ganga Imli* sebagai adsorben auramin menunjukkan proses adsorpsi yang bersifat endotermik. Senada dengan Singh dkk., Khatri dan Tyagi (2016) pada adsorpsi auramin menggunakan halloysite nanotubes menunjukkan proses adsorpsi yang memiliki  $\Delta H$  positif. Hal yang sama juga diperoleh Qi dkk. (2014) yang menggunakan karbon aktif berbasis daun tebu.

Pada penelitian yang menggunakan ZSM-5 sebagai adsorben beberapa jenis pewarna, terdapat beberapa penelitian yang menunjukkan proses adsorpsi yang membutuhkan energi (endotermis). Penelitian Briao dkk. (2017) menggunakan ZSM-5 dengan templat kitin untuk adsorpsi kristal violet, Jind dkk. (2014) yang menggunakan ZSM-5 yang dilapisi dengan heksdesiltrimetilamonium bromida anionik jingga II dan Hammed dkk. (2015) yang memodifikasi ZSM-5 dengan

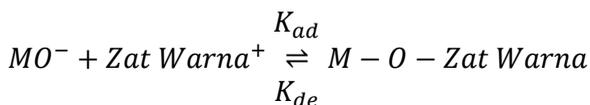
impregnasi gula pada permukaannya untuk adsorpsi metilen biru. Masing-masing menunjukkan proses adsorpsi yang bersifat endotermik. Di sisi lain terdapat penelitian yang menunjukkan hasil eksotermik pada proses adsorpsi auramin menggunakan daun *globe arthichoke* yang dimofisikasi NaOH (Singh dkk., 2016). Adsorpsi metil hijau menggunakan ZSM-5 dengan pembentuk struktur pirolidin yang dilakukan oleh Lamia dkk. (2016) juga menunjukkan proses yang eksotermik.

#### 4.3.7 Mekanisme Adsorpsi

Pada penelitian ini, mekanisme adsorpsi terjadi secara kimia (kemisorpsi) monolayer yang ditunjukkan oleh Model isothermal adsorpsi yang sesuai dengan persamaan Langmuir. Model adsorpsi kimia juga didukung oleh data hasil plot kinetika adsorpsi yang menunjukkan bahwa proses adsorpsi mengikuti mekanisme reaksi orde kedua-semu, dimana molekul adsorben dan molekul adsorbat menjadi penentu laju reaksi.

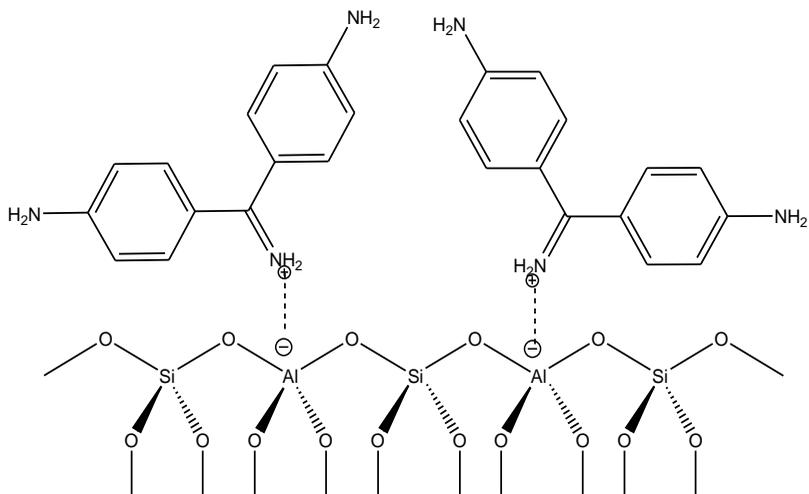


Mekanisme adsorpsi pada dye kationik (Auramin) dengan sisi adsorben bermuatan negatif (*Baggase fly ash*) dilaporkan oleh Mill dkk. (2006). Penelitian tersebut menyebutkan bahwa proses adsorpsi yang terjadi melibatkan terbentuknya ikatan antara pewarna kationik dengan adsorben negatif. Berikut merupakan mekanisme reaksi yang diajukan oleh Mill dkk (2006). Simbol M menunjukkan logam yang terkandung pada adsorben yang digunakan Mill dkk (2006) yaitu Al, Si dan Ca dll.



Mekanisme pembentukan ikatan pada proses adsorpsi auramin (kationik) dengan ZSM-5 (memiliki sisi anionik) terjadi dengan adanya pembentukan ikatan antara atom aluminium pada H-ZSM-5 yang memiliki muatan negatif ( $Al^-$ ) dengan atom nitrogen pada Auramin yang memiliki muatan positif ( $N^+$ ) sebagaimana ditunjukkan pada gambar . Fenomena ini juga dapat menjelaskan kapasitas adsorpsi yang diperoleh lebih rendah dibandingkan dengan dengan adsorben jenis lainnya yang dilaporkan oleh penelitian sebelumnya. Pada penelitian ini, diperoleh kapasitas adsorpsi maksimum 135 mg/L dan %penurunan kadar aramin 54%, sedangkan pada penelitian sebelumnya Singh dkk., (2016) memperoleh %penurunan kadar aruamin sebesar 98.98% menggunakan arang aktif biji kapuk. Pada penelitian menggunakan daun *Gobe arthicoke* dengan modifikasi NaOH yang dilakukan oleh Laribi dan Sahnoune (2016) mampu mengadsorp auramin hingga 344.8 mg/g. selain itu, Asfaram dkk (2015) mengadsorp auramin menggunakan adsorben ZnS:Cu-NP-AC mampu mengadsorp hingga 183.15 mg auramin pergram adsorben.

Rendahnya kapasitas adsorpsi tersebut diduga karena pada ZSM-5 yang digunakan sebagai adsorben merupakan jenis ZSM-5 yang kaya silika dengan rasio Si/Al sebesar 50, sehingga jumlah sisi aktif negatif berjumlah lebih sedikit yang berakibat berkurangnya kemampuan adsorben untuk menjerap molekul pewarna. Ukuran pori dari material yang relatif kecil dibandingkan material zat warna juga dapat menjadi penyebab kapasitas adsorpsi yang rendah. Ukuran pori yang kecil menghalangi adsorpsi material pada permukaan pori. Sehingga asorpsi terjadi hanya pada permukaan material.



Gambar 4. 9 Skema Reaksi antara ZSM-5 dengan Auramin

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

ZSM-5 memiliki potensi yang besar untuk digunakan sebagai adsorben auramin. Pada penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Adsorben ZSM-5 yang digunakan memiliki karakter mesopori sehingga dapat meningkatkan aktivitas adsorpsi.
2. Kapasitas adsorpsi ZSM-5 meningkat dengan meningkatnya waktu kontak dan konsentrasi awal, sedangkan menurun dengan meningkatnya suhu adsorpsi.
3. Plot adsorpsi isotermal zat warna auramin menggunakan ZSM-5 mengikuti persamaan isotermal Langmuir, sedangkan kinetika adsorpsi yang terjadi mengikuti persamaan orde kedua-semu yang keduanya identik dengan proses adsorpsi kimia.
4. Studi termodinamika adsorpsi menunjukkan bahwa adsorpsi bersifat endotermik dan terjadi secara spontan secara alami dengan nilai  $\Delta H^\circ$  positif dan  $\Delta G^\circ$  negatif pada suhu 303-323 K

#### **5.2 Saran**

1. Penelitian adsorpsi zat warna menggunakan ZSM-5 perlu dikembangkan untuk memperoleh adsorben dengan kapasitas adsorpsi tertinggi.
2. Langkah selanjutnya adalah penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh parameter-parameter lain, seperti pH, pengaruh rasio Si/Al pada ZSM-5 terhadap kapasitas adsorpsi.

*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A., Gast., A. (1997). *Physical Chemistry of Surface 6ed.* New York: John Willey and Son.
- Ajemba, R. (2014). Assessing influence of hydrochloric acid leaching on structural changes and bleaching performance of Nigerian clay from Udi Optim. *Isotherm Kinet. Stud.*, 27, 839–854.
- Allen, R. (1971). *Colour Chemistry.* London: Thomas Nelson and Sons Ltd.
- Ananta, S., Saumen, B., Vijay, V. (2015). Adsorption Isotherm, Thermodynamic and Kinetic Study of Arsenic (III) on Iron Oxide Coated Granular Activated Charcoal. *Res. J. Environment Sci*, 4(1), 64-77.
- Argauer, R., Landolt, G. (1973). *Patent No. US3790471 A.* Amerika Serikat.
- Armaroli, T., Simon L, J., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., Valtchev, V., et al. (2016). Effects of crystal size and Si/Al ratio on the surface properties of H-ZSM-5 zeolites. *App Catal A Gen.*, 306, 78–84.
- Asfaram, A., Ghaedi, M., Agarwal, S., Tyagi, I., Gupta, V. K. (2015). Removal of basic dye Auramine-O by ZnS: Cu nanoparticles loaded on activated carbon Optimization of parameters using response surface methodology with central composite design. *RSC Advance*, 1-47.
- Atkins, P., Paula, J. d. (2010). *Atkins' Physical Chemistry.* New York: W. H. Freeman and Company.
- Bekkum, V. H., Flanigen, E., P. A., J., Jansen, J. C. (2001). *Introduction to Zeolite Science and Practice. 2nd Revised Edn.* Amsterdam: Elsevier .

- Bello, O., Tan, T., Ahmad, M. (2011). Utilization of cocoa pod husk for the removal of remazol black B reactive dye from aqueous solutions: Kinetic, equilibrium and thermodynamic studies. *Asia-Pac. J. Chem. Eng.*, 7, 378–388.
- Breck, D. W. (1974). *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Use*. New York: Wiley.
- Brião, G., Jahn, S., Foletto, E., Dotto, G. (2017). Adsorption of crystal violet dye onto a mesoporous ZSM-5 zeolite synthesized using chitin as template. *Journal of Colloid and Interface Science*, 508, 313–322.
- Carrado, K. A., Dutta, P. K., Auerbach, S. M. (2003). *Handbook of Zeolite Science and Technology*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Chabani, B., Amrane, A., Bensmaili, A. (2006). Kinetic Modeling of the Adsorption of Nitrates by Ion Exchange Resin. *Chemical Engineering Journal*, 125, 111-117.
- Cheetam, D. A. (1992). *Solid State Compound*. London: Oxford university press.
- Dada, A., Olalekan, A., Olatunya, A., Dada, O. (2012). Langmuir, Freundlich, Temkin and Dubinin–Radushkevich isotherms studies of equilibrium sorption of Zn<sup>2+</sup> onto phosphoric acid modified rice husk. *IOSR J. Appl. Chem*, 3, 38-45.
- Dong, Y., Lu, B., Zang, S., Zhao, J., Wang, X. (2011). Removal of methylene blue from coloured effluents by adsorption onto SBA-15. *J Chem Technol Biotechnol*, 86, 616–619.
- Freundlich, H. (1906). Über die adsorption in losungen (Adsorption in Solution). *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 385-470.

- Gaag, F. v. (1987). *ZSM-5 type zeolites: Synthesis and use in gasphase reactions with ammonia*. Delft: Technische Universiteit Delft.
- Gercel, O., Ozcan, A., Ozcan, A., Gercel, H. (2007). Preparation of activated carbon from a renewable bio-plant of *Euphorbia rigida* by H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> activation and its adsorption behavior in aqueous solutions. *Appl. Surf. Sci.*, 253, 4843–4852.
- Gu, Y., Cui, N., Yu, Q., Li, C., Cui, Q. (2012). Study on the influence of channel structure properties in the dehydration of glycerol to acrolein over H-zeolite catalysts. *Applied Catalysis A: General*, 429–430, 9–16.
- Günay, A., Arslankaya, E., Tosun, İ. (2007). Lead removal from aqueous solution by natural and pretreated clinoptilolite: Adsorption equilibrium and kinetics. *J. Hazard. Mater.*, 146, 362–371.
- Gupta, S., Bhattacharyya, K. (2005). Interaction of metal ions with clays: A case study with Pb (II). *Applied Clay Sci.*, 30, 199–208.
- Hammed, A. K., Dewayanto, N., Duc, D., Rahim, M. H., Nordin, M. R. (2016). Novel modified ZSM-5 as an efficient adsorbent for methylene blue removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4, 2607–2616.
- Handreck, G. P., Smith, T. D. (1988). Adsorption of Methylene Blue from Aqueous Solutions by ZSM-5-Type Zeolites and Related Silica Polymorphs. *J. Chem. Soc., Faraday Trans. I*, 84(11), 4191–4201.
- Harben, P., Kuzvart, M. (1996). *A Global Geology; Industrial Minerals*. New York: Industrial Minerals Information, Ltd.
- Harni, M. R., Iryani, A., Affandi, H. (2013). Pemanfaatan serbuk gergaji kayu jati (*tectona grandis* l.f.) sebagai adsorben

- logam timbal (pb). *Skripsi*, Bogor: Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Pakuan.
- Hartanto, D., Saputro, O., Utomo, W. P., Rosyidah, A., Sugiarto, D., Ersam, T., dkk. (2016). Synthesis of ZSM-5 directly from Kaolin without organic template: Part-1: Effect of crystallization time. *Chemistry - An Asian Journal*, 28(1), 211-215.
- Hassaninejad-Darzi, S. K., Kavyani, S., Torkamanzadeh, M., Tilaki, R. D. (2017). Applicability of ZSM-5 nanozeolite to removal of ternary basic dyes: an adsorption study using high-accuracy UV/Vis-chemometric methods. *Monatsh Chem*.
- Hay, R. L. (1966). *Zeolites and zeolitic reactions in sedimentary rocks*. Berkeley, California: Dept. Geology and Geophysics, University of California.
- Ho, Y. S. (2004). Pseudo-isotherms using a second order kinetic expression constant. *J. Int. Adsorpt. Soc*, 10(2), 151–158.
- Ho, Y. S. (2006). Review of Second-order Models for Adsorption Systems. *J. Hazard. Mater*, 36, 681-689.
- Ho, Y. S., Wang, C. C. (2004). Pseudo-isotherms for the sorption of cadmium ion onto tree fern. *Process. Biochem*, 39(6), 759–763.
- Ho, Y. S., McKay, G., Wase, D. A., Foster, C. F. (2000). Study of the sorption of divalent metal ions onto peat. *Ads. Sci. Technol*, 18(7), 639–650.
- Ho, Y. S., Porter, J. F., McKay, G. (2002). Equilibrium Isotherm Studies for the Sorption of Divalent Metal Ions onto Peat: Copper, Nickel and Lead Single Component Systems. *Water, Air, and Soil Pollution*(1-4), 1-33.
- Iryani, A., Ilmi, M. M., Hartanto, D. (2017). Adsorption study of congo red dye with ZSM-5 directly synthesized from bangka kaolin without organic template. *Malaysian*

- Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 13(4), 832-839.
- Islam, M., Patel, R. (2009). Nitrate sorption by thermally activated Mg/Al chloride hydroxalcalite-like compound. *J. Hazard. Mater.*, 169, 524–531.
- Jha, B., Singh, D. (2016). Basics of Zeolites. *Advanced Structured Materials*, 78, 5-31.
- Jin, X., Yu, B., Chen, Z., Arocena, J. M., Thring, R. W. (2014). Adsorption of Orange II dye in aqueous solution onto surfactant-coated zeolite: Characterization, kinetic and thermodynamic studies. *Journal of Colloid and Interface Science*, 15-20.
- Kaur, K. S., Ran, S., Mahajan, R., Asif, M., Gupta, V. K. (2015). Synthesis and adsorption properties of mesoporous material for the removal of dye safranin: Kinetics, equilibrium, and thermodynamics. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*(22), 19–27.
- Khartikeyan, G., N, K. A., Andal, M. (2004). Adsorption dynamics and equilibrium studies of Zn (II) onto chitosan. *Journal of Chemical Sciences*, 116(2), 119–127.
- Khatri, N., Tyagi, S. (2016). Removal of basic dyes auramine yellow and auramine O by halloysite nanotubes. *Int. J. Environment and Waste Management*, 27(1), 44-59.
- Lagergren, S. (1898). Zur theorie der sogenannten adsorption gelöster stoffe. *Kungliga Svenska Vetenskapsakademiens Handlingar*, 24, 1-39.
- Lamia, M., Fatiha, D., Bouchekara, Ayada, D. (2016). Adsorption of Methyl Green onto Zeolite ZSM-5(pyrr.) in Aqueous Solution. *ZSM-5(pyrr.) in Aqueous Solution*, 32(1), 171-180.

- Langmuir, I. (1918). The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *J. Am. Chem. Soc.*, *40*, 1361–1367.
- Laribi, K. L., Sahmoune, M. N. (2016). Equilibrium Studied of Auramine O adsorption on modified Globe Artichoke Leaves. *Research Journal of Chemical and Environmental Sciences*, *4*(5), 44-52.
- Lucas, A. d., Canizares, P., Durán, A., Carrero, A. (1997). Dealumination of HZSM-5 zeolites: Effect of steaming on acidity and aromatization activity. *Applied Catalysis A: General*, *154*(1-2), 221-240.
- Luo, C.-W., Li, X.-Y., Chao, Z.-S. (2017). Effect of Si/Al Ratios on the Structure and Catalytic Properties of Alkaline-Treated ZSM-5 Catalysts. *Materials Science Forum*, *896*, 141-147.
- Mall, I. D., Srivastava, V. C., Agarwal, N. K. (2007). Adsorptive removal of Auramine-O: Kinetic and equilibrium study. *Journal of Hazardous Materials*, *143*, 386–395.
- Martell, A. E., Hancock, R. (1996). *Metal Complexes in Aqueous Solution*. New York: Plenum Press.
- Mc Cash, E. M. (2000). *Surface Chemistry*. Oxford University Press: Cambridge.
- Mohamed, M., Fouad, O., Ismail, A., Ibrahim, I. (2005). Influence of crystallization times on the synthesis of nanosized ZSM-5. *Mater. Lett.*, *59*(27).
- Murdika, A. (2009). Aplikasi teknik kombinasi adsorpsi dan elektrolisis untuk menurunkan kandungan fenol dalam limbah industri bahan kimia sanitasi. *Skripsi*.
- Nisaa, S. (2011). Adsorpsi metilena biru pada kaolin dan nanokomposit kaolin TiO<sub>2</sub> serta uji sifat fotokatalis. *Skripsi*, Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.

- Octaviani, S. (2012). Sintesis dan Karakteristik Zeolit ZSM-5 Mesopori Dengan Metode Desilikasi dan Studi Awal Katalisis Oksidasi Metana. *Skripsi*, Depok : Universitas Indonesia.
- Ojedoku, A. T., Bello, O. S. (2017). Liquid phase adsorption of Congo red dye on functionalized corn cobs,. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 38(9), 1285-1294.
- Ościak, J. (1982). *Adsorption*. Chichester: Ellis Horwood Limited.
- Pang, X.-Y. (2011). Decolorization Kinetics and Thermodynamics of Auramine Lake Yellow O on Expanded Graphite Loaded with Titania. *E-Journal of Chemistry*, 8(4), 1644-1653.
- Panic, V. V., Velickovic, S. J. (2014). Removal of model cationic dye by adsorption onto poly(methacrylic acid)/zeolite hydrogel composites: Kinetics, equilibrium study and image analysis. *Separation and Purification Technology*, 122, 384–394.
- Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto., D. (2012). Phase transformation of rice husk ash in the synthesis of ZSM-5 without organic template. *J. Math. Fund. Sci*, 44A(3), 250-262.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Ni'mah, Y. L., Fadlan, A. (2016). *Karakterisasi Struktur Padatan*. Yogyakarta: deepublish.
- Qi, C., Menga, M., Liu, Q., Kanga, C., Huang, S., Zhouc, Z., dkk. (2014). Adsorption Kinetics and Thermodynamics of Auramine-O on Sugarcane Leaves Based Activated Carbon. *Journal of Dispersion Science and Technology*.
- Riyanto. (2011). Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Yogyakarta: Deepublish
- Rostamizadeh, M., Jafarizada, A., Gharibian, S. (2018). High efficient decolorization of Reactive Red 120 azo dye over

- reusable Fe-ZSM-5 nanocatalyst in electro-Fenton reaction. *Separation and Purification Technology*(192), 340–347.
- Sibilia, P. (1996). *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition*. New York: John Willey-VCH.
- Singh, V. K., Soni, A. B., Singh, R. K. (2016). Auramine ‘O’ dye adsorption onto de-oiled cotton seed cake biochar: process optimization using Response Surface Methodology for maximizing adsorbate removal. *International Journal of ChemTech Research*, 9(7), 340-353.
- Singh, V. K., Soni, A. B., Singh, R. K. (2016). Auramine ‘O’ Dye Adsorption onto Ganga Imli (Pithecellobium Dulce) Wood Biochar: Process Optimization Using RSM. *Int. J. Chem. Sci*, 14(4), 2116-2138.
- Somani, O. G., Choudhari, A. L., Rao, B. S., Mirajkar, S. (2006). Enhancement of crystallization rate by microwave radiation: Synthesis of ZSM-5. *Mater. Chem. Phys.* , 82(3), 538-545.
- Tan, I., Ahmad, A., Hameed, B. (2007). Adsorption of basic dye on high-surface-area activated carbon prepared from coconut husk: equilibrium, kinetic and thermodynamic studies. *Desalination*, 225, 13–28.
- Tarapitakcheevin, P., Weerayutsil, P., Khuanmar, K. (2013). Adsorption of Acid Dye on Activated Carbon Prepared from Water Hyacinth by Sodium Chloride Activation. *GMSARN International Journal*, 7: 83 – 90, 83-90.
- Tchobanoglous, G., Burton, F., Stensel, H. (2003). *Wastewater Engineering: Treatment and Reuse, 4th edition*. New York: McGraw-Hill Companies.

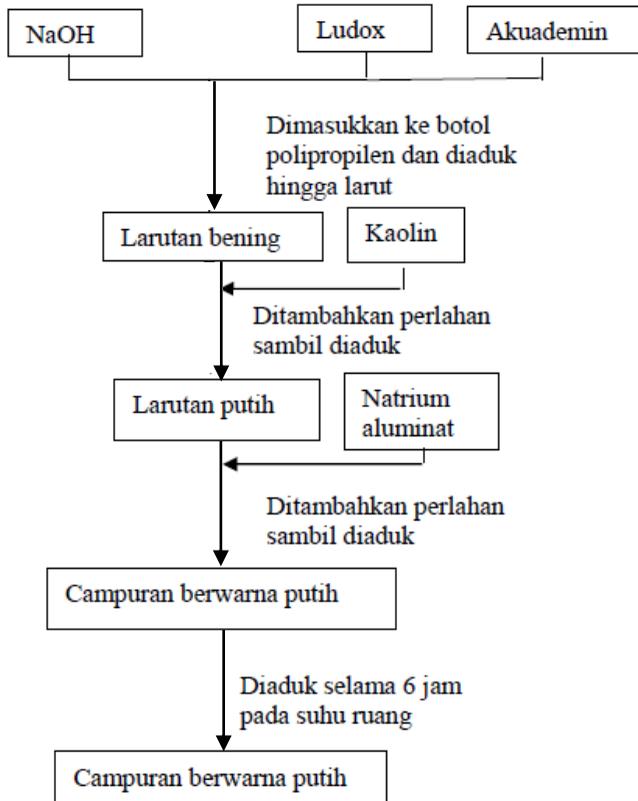
- Temkin, M., Levich, V. (1946). Adsorption equilibrium on heterogeneous surfaces. *J. Phys. Chem*, 20, 1441.
- Venkata, S., Mohan, N., Rao, C., Karthikeyan, J. (2002). Adsorptive removal of direct azo dye from aqueous phase onto coal based sorbents: a kinetic and mechanistic study. *J. Hazard. Mater.*, 90, 189–204.
- Vieira, M. G. (2012). Characterization And Use Of In Natura And Calcined Rice Husks For Biosorption Of Heavy Metals Ions From Aqueous Effluents. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 29(3), 619-633.
- Weber, J., Morris, J. (1963). Kinetics of adsorption on carbon from solution. *J. Sanitary Eng. Div., ASCE*, 89, 31–60.
- Wong, K. K., Lee, C. K., Low, K. S., Haron, M. J. (2003). Removal of Cu and Pb by tartaric acid modified rice husk from aqueous solutions. *Chemosphere*, 50, 23-28.
- Wu, F., Tseng, R., Jung, R. (2001). Kinetic modeling of liquid-phase adsorption of reactive dyes and metal ions on chitosan. *Water Res.*, 35, 613–618.
- Yadav, S., AK, D. (2015). Efficient Removal of Cr (VI) from Aqueous Solution onto Palm Trunk Charcoal: Kinetic and Equilibrium Studies. *Chemical Science Journal*, 6(114).
- Yahya, S. A., Musa, I. E., Amjad, H. E., Gavin, M. W. (2008). Effect of solution pH, ionic strength, and suhue on adsorption behavior of reactive dyes on activated carbon. *Dyes Pigm.*, 77, 16-23.
- Zahrina, I. (2011). Sintesis ZSM-5 Dari Natrium Silikat yang Berasal Dari Abu Sawit. *Skripsi*, Palembang : Universitas Sriwijaya.
- Zheng, Y., Li, X., Dutta, P. K. (2012). Exploitation of Unique Properties of Zeolites in the Development of Gas Sensors. *Sensors*, 12, 5170-5194.

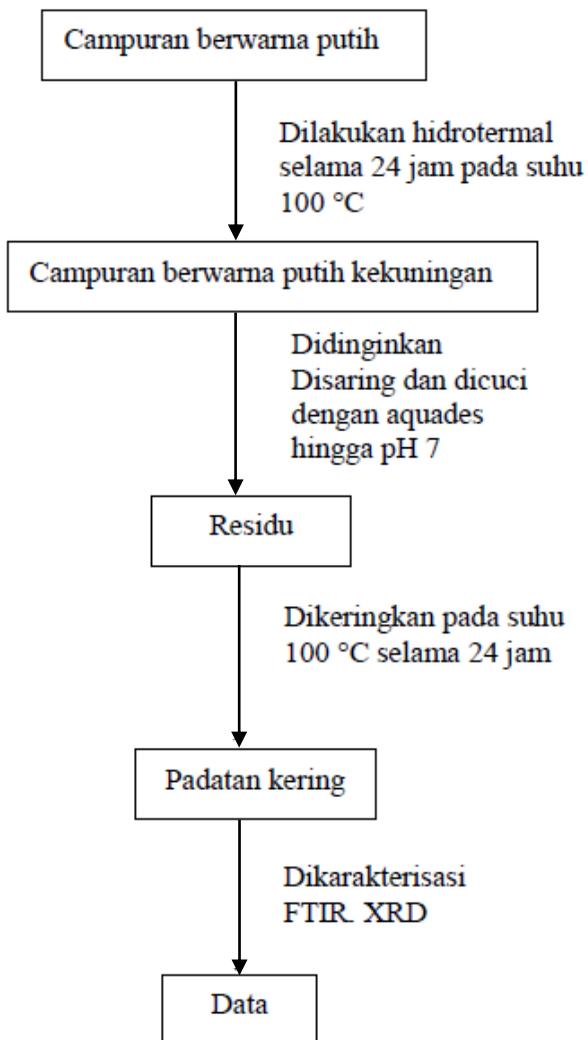
Zollinger, H. (1991). *Colour Chemistry Synthesis Properties and Application of Organic Dyes and Pigments*. New York: Willey-VCH.

## LAMPIRAN

### A. Prosedur Sintesis ZSM-5 dan Adsorpsi Auramin

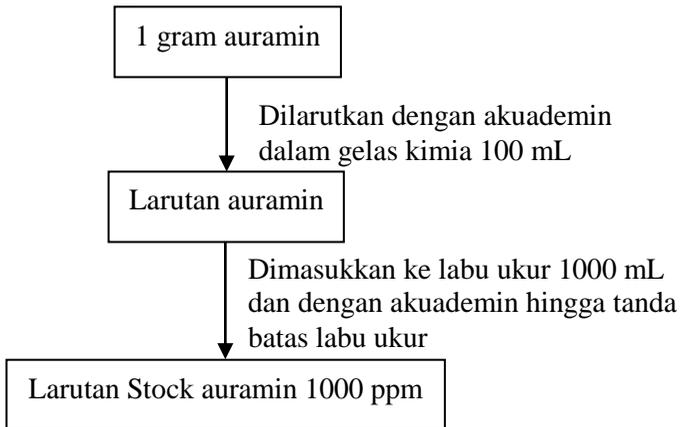
#### A1. Sintesis ZSM-5



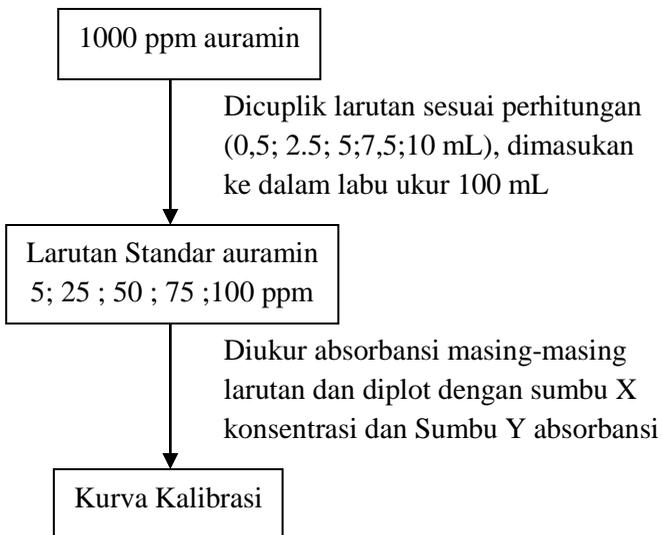


## A2. Adsorpsi Zat Warna Auramin

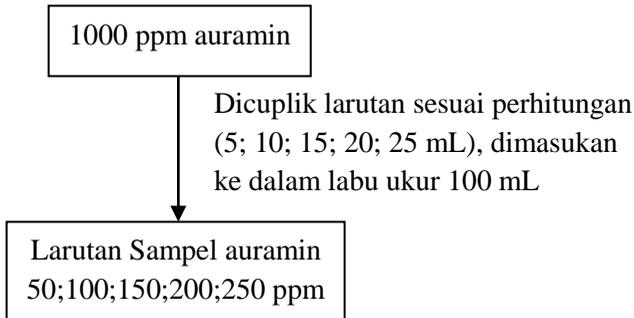
### A.2.1 Preparasi Larutan Stock



### A.2.2 Preparasi Larutan Standar (5; 25 ; 50 ; 75 ;100 mg/L)

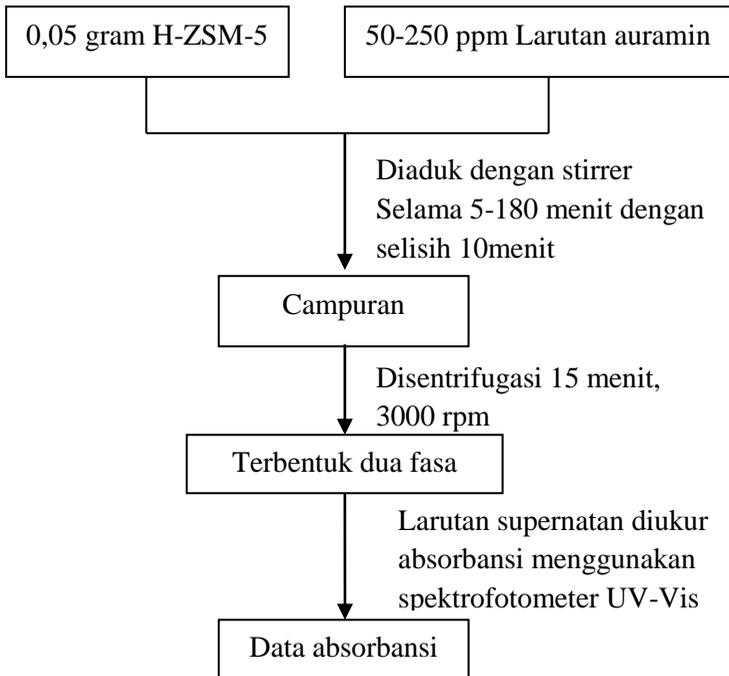


### A.2.3 Preparasi Larutan Sampel (50;100;150;200 ;250 mg/L)

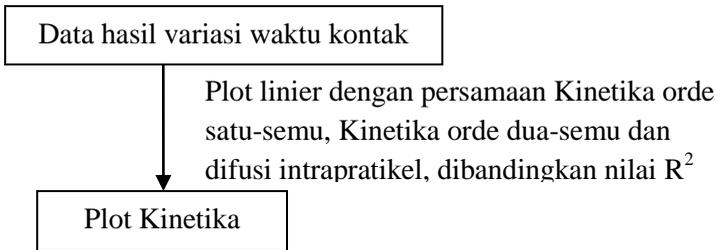


### A.2.3 Uji Adsorpsi Larutan Auramin dengan ZSM-5

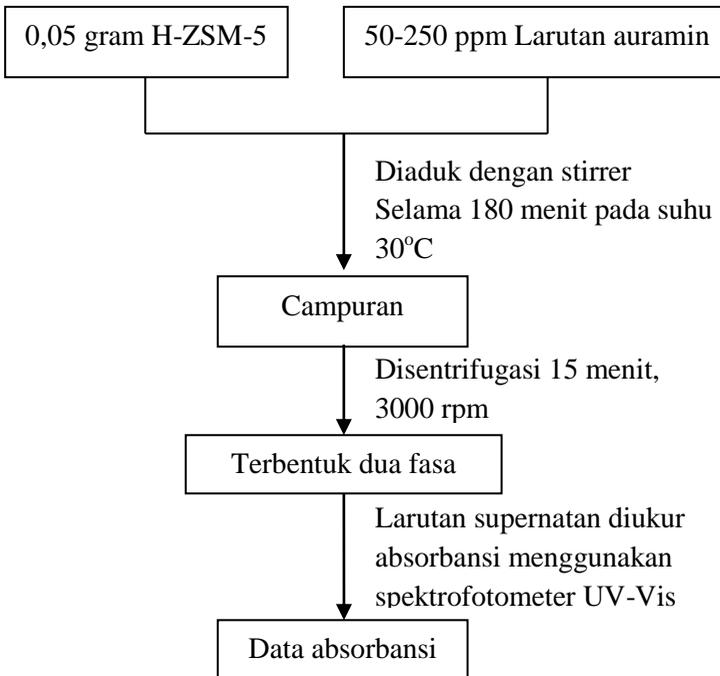
#### A.2.3.1 Pengaruh Waktu kontak



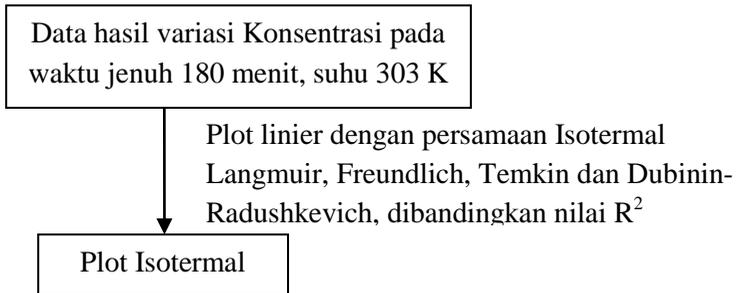
### A.2.3.2 Plot Kinetika Adsorpsi



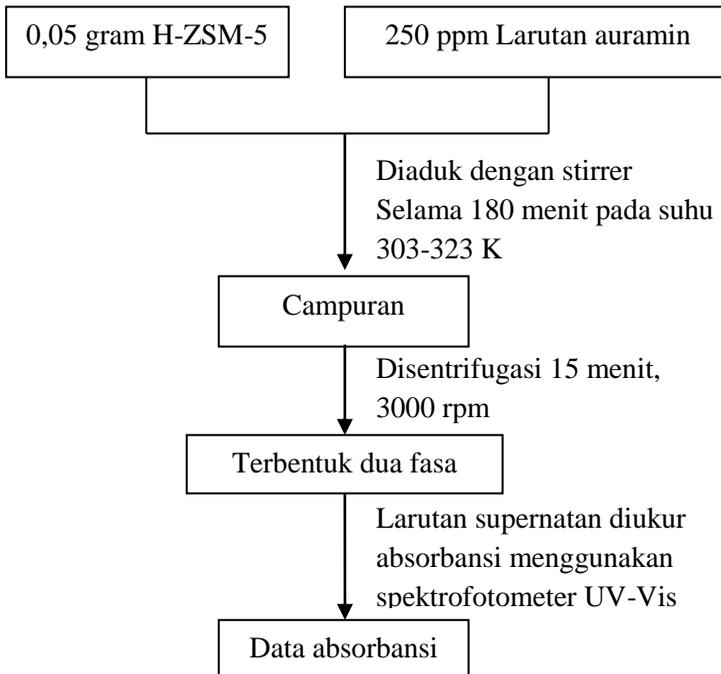
### A.2.3.3 Pengaruh Konsentrasi Awal



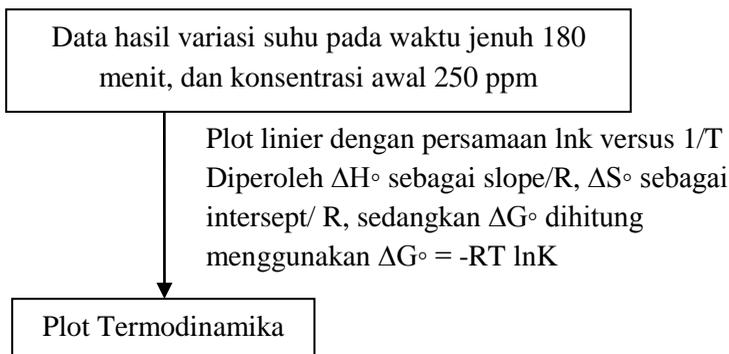
#### A.2.3.4 Plot Adsorpsi Isotermal



#### A.2.3.5 Pengaruh Suhu Adsorpsi



### A.2.3.6 Plot Termodinamika



## B. Perhitungan-perhitungan

### B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan Stock 1000 mg/L

1000 mg/L = 1000 mg/L

Labu ukur yang digunakan adalah 1000 mL = 1 L

Densitas larutan ( $\rho$ )  $\sim \rho_{\text{air}} = 1 \text{ g/L}$

Maka, jumlah auramin yang dibutuhkan untuk membuat larutan 1000 mg/L adalah 1 gram.

Larutan tersebut selanjutnya digunakan sebagai larutan stock.

### B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar 5; 25 ; 50 ; 75 ;100 mg/L

Larutan auramin 5 mg/L dibuat dari larutan stok 1000 mg/L (g/L) yang diencerkan dalam labu ukur 100 mL. perhitungannya adalah sebagai berikut:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mg/L}} = 0,5 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan standar 25 mg/L, 50 mg/L, 75mg/L dan 100 mg/L menggunakan cara perhitungan seperti pembuatan larutan standar auramin 5 mg/L sehingga didapatkan data pada Tabel B.1.

Keterangan:

$M_1$  = konsentrasi larutan auramin awal (mg/L)

$M_2$  = konsentrasi larutan auramin akhir (mg/L)

$V_1$  = volume awal larutan auramin (mL)

$V_2$  = volume akhir larutan auramin (mL)

Tabel B.1 Pengenceran larutan standar auramin

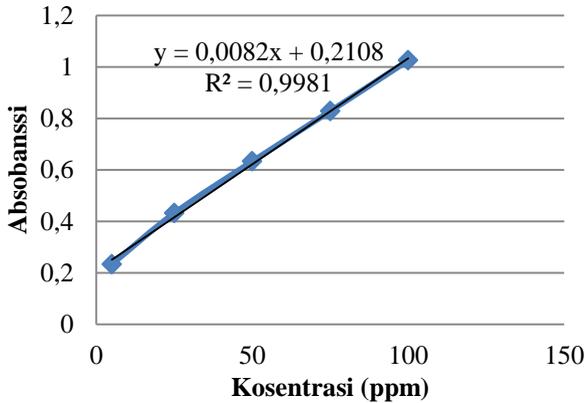
$M_1$	$V_1$	$M_2$	$V_2$
1000 mg/L	0,5	5 mg/L	100 mL
1000 mg/L	2,5	25 mg/L	100 mL
1000 mg/L	4	50 mg/L	100 mL
1000 mg/L	7,5	75 mg/L	100 mL
1000 mg/L	10	100 mg/L	100 mL

### B.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Auramin

Tabel B.2. Data absorbansi larutan standar auramin berdasarkan hasil pengukuran spektrofotometer UV-Vis

Konsentrasi	Absorbansi
5 mg/L	0,234
25 mg/L	0,432
50 mg/L	0,633
75 mg/L	0,828
100 mg/L	1,025

Berdasarkan Tabel B.2. dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan auramin sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y yang ditunjukkan pada Gambar B.1.



Gambar B.1. Kurva kalibrasi larutan auramin

Berdasarkan Gambar B.1., didapatkan nilai  $R^2 = 0,9981$ . Nilai regresi mendekati 1, sehingga regresi yang dihasilkan semakin baik.

#### B.4 Perhitungan Kapasitas Adsorpsi dan %Removal ZSM-5

Penghitungan kapasitas adsorpsi dilakukan dengan rumus berikut:

$$\% \text{ Penurunan kadar pewarna} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100\% \quad (3.1)$$

$$q_e = \frac{(C_i - C_e)}{m} \times V \quad (3.2)$$

Keterangan:

$C_i$  = Konsentrasi awal (mg/L)

$C_f$  = Konsentrasi akhir (mg/L)

$m$  = massa adsorben (0,05 g)

$v$  = Volume larutan adsorbat (50 mL)

Tabel B.3 Data Adsorpsi Auramin pada suhu 303K

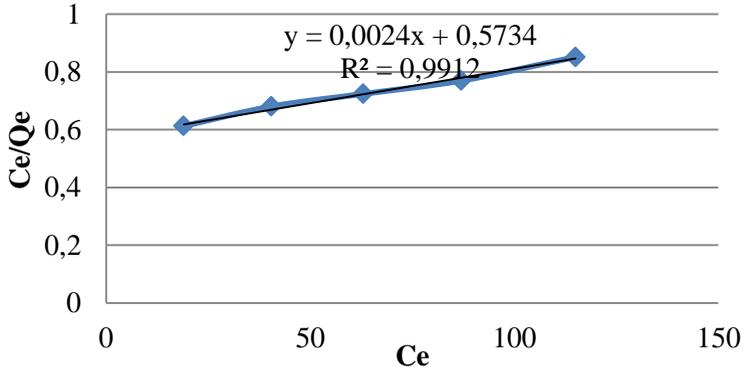
Waktu	Konsentrasi teradsorb (mg/L)					Kapasitas Adsorpsi (mg/g)					% removal				
	50	100	150	200	250	50	100	150	200	250	50	100	150	200	250
10	5	9	16	10	28	5	9	16	10	28	10,0%	9,0%	10,7%	5,0%	11,2%
20	8	17	33	22	48	8	17	33	22	48	16,0%	17,0%	22,0%	11,0%	19,2%
30	11	25	48	43	68	11	25	48	43	68	22,0%	25,0%	32,0%	21,5%	27,2%
40	15	33	60	64	85	15	33	60	64	85	30,0%	33,0%	40,0%	32,0%	34,0%
50	18	40	69	78	100	18	40	69	78	100	36,0%	40,0%	46,0%	39,0%	40,0%
60	21	47	76	88	110	21	47	76	88	110	42,0%	47,0%	50,7%	44,0%	44,0%
70	23	52	80	96	118	23	52	80	96	118	46,0%	52,0%	53,3%	48,0%	47,2%
80	25	55	82	101	123	25	55	82	101	123	50,0%	55,0%	54,7%	50,5%	49,2%
90	27,2	56,3	83,6	104	126	27,2	56,3	83,6	104	126	54,4%	56,3%	55,7%	52,0%	50,4%
100	28,2	57	84,5	106,5	128,5	28,2	57	84,5	106,5	128,5	56,4%	57,0%	56,3%	53,3%	51,4%
110	28,7	58	85,5	107,8	129,8	28,7	58	85,5	107,8	129,8	57,4%	58,0%	57,0%	53,9%	51,9%
120	29,2	58,4	85,9	108,9	130,9	29,2	58,4	85,9	108,9	130,9	58,4%	58,4%	57,3%	54,5%	52,4%
130	29,5	58,8	86,3	110	132	29,5	58,8	86,3	110	132	59,0%	58,8%	57,5%	55,0%	52,8%
140	29,76	59,1	86,6	110,8	132,8	29,76	59,1	86,6	110,8	132,8	59,5%	59,1%	57,7%	55,4%	53,1%
150	29,9	59,2	86,7	111,5	133	29,9	59,2	86,7	111,5	133	59,8%	59,2%	57,8%	55,8%	53,2%
160	30	59,3	86,8	112	134	30	59,3	86,8	112	134	60,0%	59,3%	57,9%	56,0%	53,6%
170	31	59,5	87	112,4	134,4	31	59,5	87	112,4	134,4	62,0%	59,5%	58,0%	56,2%	53,8%
180	31	59,5	87	113	135	31	59,5	87	113	135	62,0%	59,5%	58,0%	56,5%	54,0%

Tabel B.3 Data Adsorpsi Auramin dengan konsentrasi awal 250 mg/L, waktu kontak 180 menit pada suhu 303-323 K

Time	Suhu/% Removal			Kapasitas Adsorpsi (mg/g)		
	303 K	313 K	323 K	303 K	313 K	323 K
5	8%	6,0%	6,4%	20	15	16
10	11%	10,0%	10,0%	28	25	25
20	19%	18,0%	16,8%	48	45	42
30	27%	24,4%	23,2%	68	61	58
40	34%	30,0%	28,8%	85	75	72
50	40%	34,4%	33,2%	100	86	83
60	44%	38,4%	37,2%	110	96	93
70	47%	41,6%	40,4%	118	104	101
80	49%	43,6%	42,4%	123	109	106
90	50%	44,8%	43,6%	126	112	109
100	51%	45,8%	44,6%	128,5	114,5	111,5
110	52%	46,3%	45,1%	129,8	115,8	112,8
120	52%	46,8%	45,6%	130,9	116,9	113,9
130	53%	47,2%	46,0%	132	118	115
140	53%	47,5%	46,3%	132,8	118,8	115,8
150	53%	47,9%	46,4%	133	119,7	116
160	54%	48,0%	46,8%	134	120	117
170	54%	48,2%	47,0%	134,4	120,4	117,4
180	54%	48,4%	47,2%	135	121	118

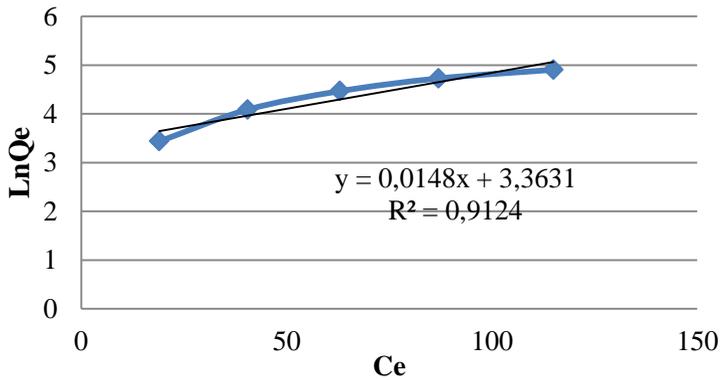
## B.5 Plot Adsorpsi Isotermal

### Langmuir

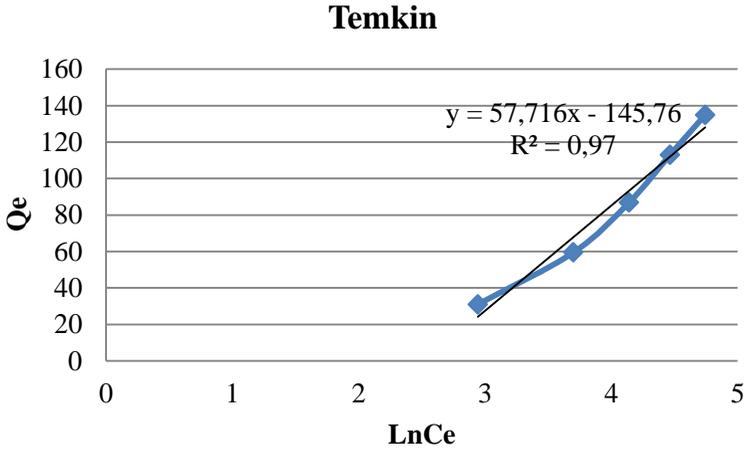


Gambar B.2. Plot Langmuir Adsorpsi Isotermal

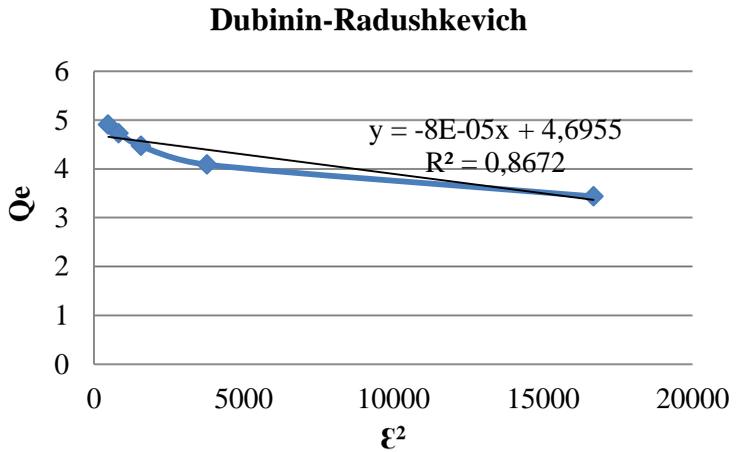
### Freundlich



Gambar B.3. Plot Freundlich Adsorpsi Isotermal



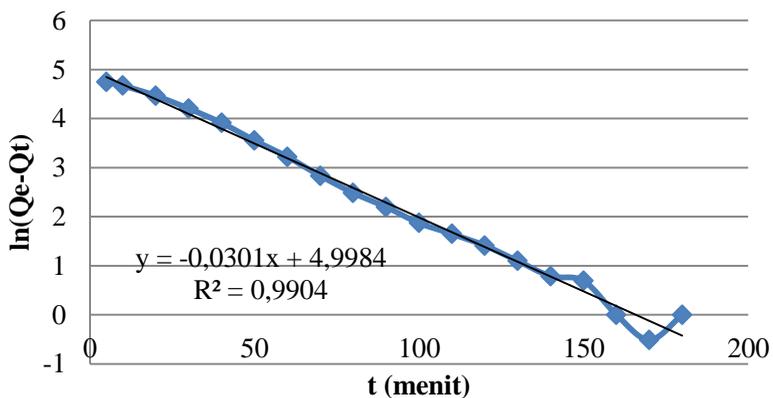
Gambar B.4 Plot Temkin Adsorpsi Isotermal



Gambar B.5 Plot D-R Adsorpsi Isotermal

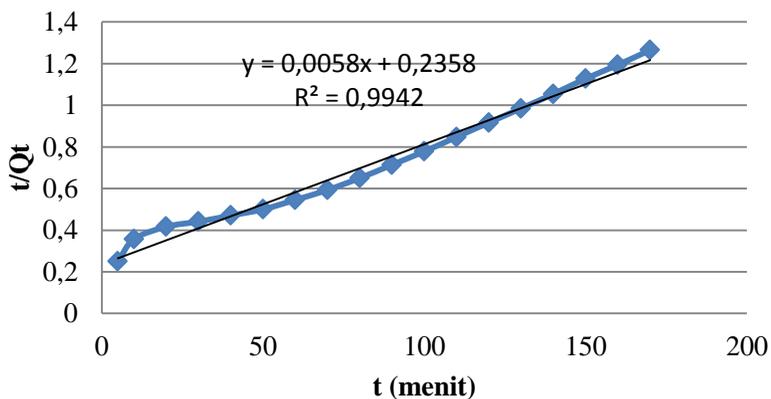
## B.5 Plot Kinetika Adsorpsi

### Orde Pertama-Semu

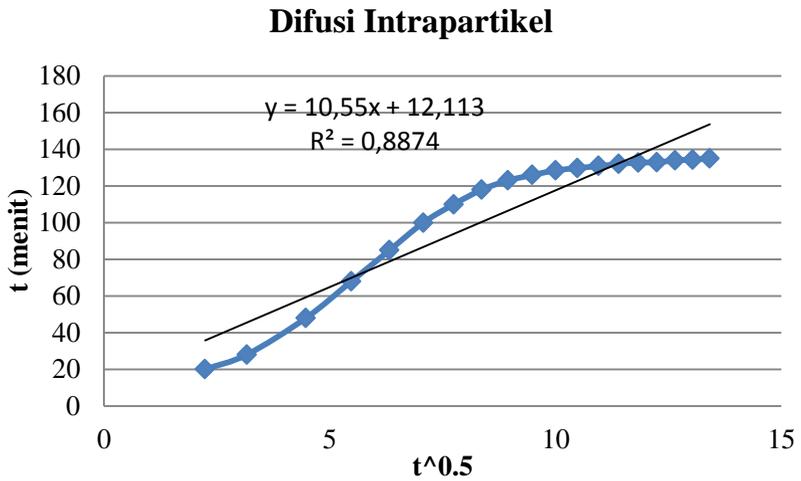


Gambar B.6 Plot Kinetika Orde Pertama-semu

### Orde Kedua-semu

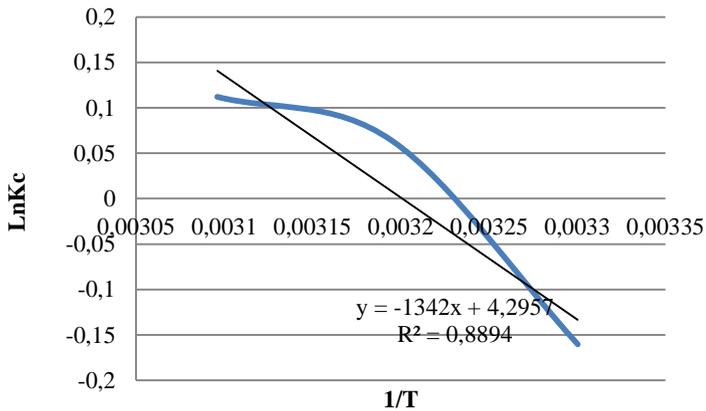


Gambar B.7 Plot Kinetika Orde Kedua-semu



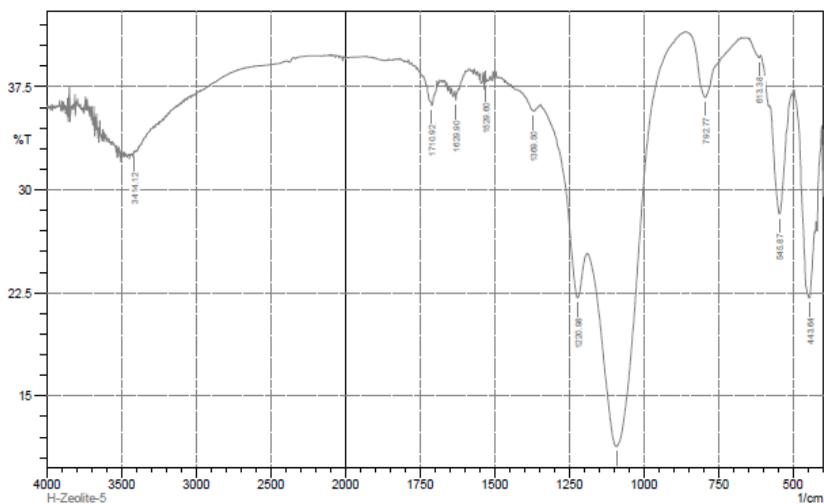
Gambar B.8 Plot Kinetika Difusi Intra Partikel

### B.5 Plot Termodinamika Adsorpsi



Gambar B.9 Plot Termodinamika Adsorpsi

**C. Data Karakterisasi**  
**C.1 Karakterisasi FTIR**  
**C.1.1 Karakterisasi FTIR ZSM-5**

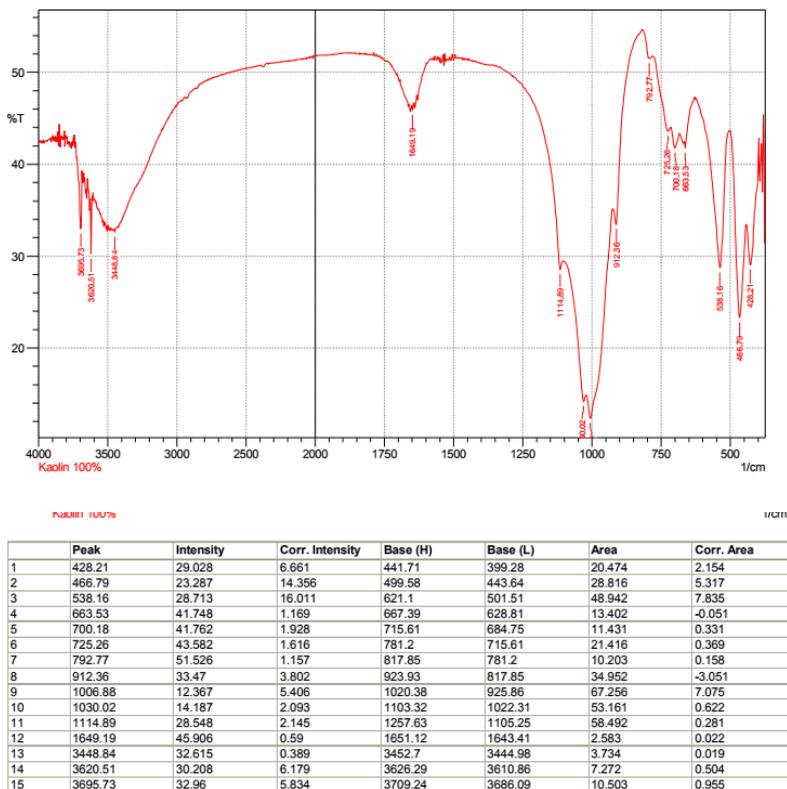


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	443.64	22.145	7.201	495.72	428.21	37.789	4.008
2	545.87	28.231	8.305	578.66	505.37	35.951	3.936
3	613.38	39.628	0.347	646.17	607.6	15.283	0.105
4	782.77	36.738	4.375	856.42	700.18	63.48	3.029
5	1091.75	11.338	18.793	1188.19	862.21	197.89	40.766
6	1220.98	22.158	5.378	1344.43	1190.12	82.393	3.32
7	1369.5	35.74	0.816	1423.51	1346.36	33.843	0.318
8	1529.6	37.806	0.652	1531.53	1525.74	2.429	0.02
9	1629.9	36.5	0.763	1633.76	1622.19	4.995	0.037
10	1710.92	36.179	0.96	1728.28	1703.2	10.922	0.176
11	3414.12	32.736	0.1	3417.98	3406.4	5.606	0.008

Gambar C.1 Data Hasil FTIR H-ZSM-5



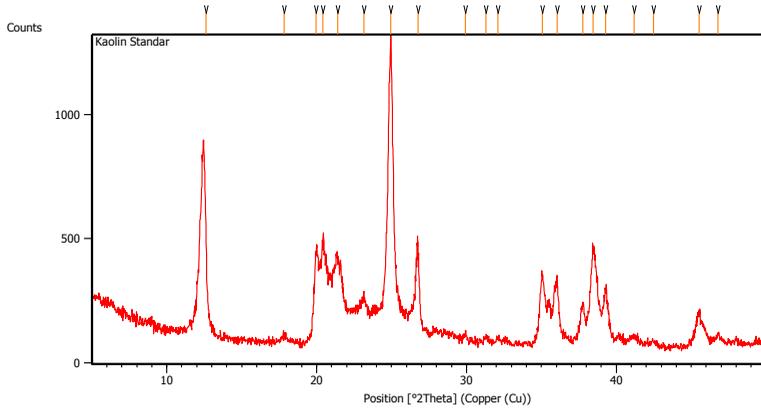
## C.1.2 Karakterisasi FTIR Kaolin Bangka



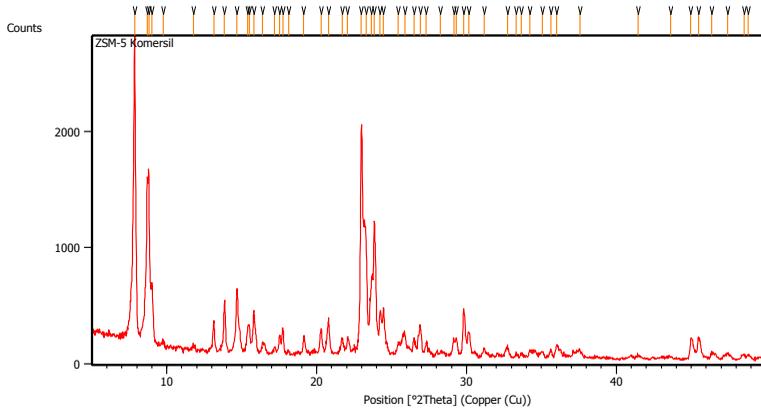
Gambar C.3 Data Hasil Karakterisasi FTIR Kaolin Bangka

## C.2 Karakterisasi XRD

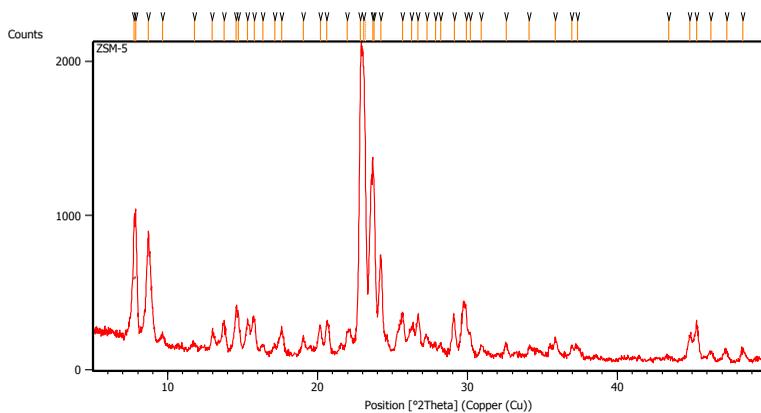
### C.2.1 Karakterisasi XRD Kaolin Bangka



### C.2.2 Karakterisasi XRD ZSM-5 Komersial



## C.2.2 Karakterisasi XRD ZSM-5 Hasil sintesis



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Moh Mualliful Ilmi dan biasa dipanggil Ilmi, lahir di Gresik pada tanggal 12 Agustus 1996, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Muslimat NU 11 Al Asyhar (2000-2002), MI NU Al Asyhar (2002-2008), MTs NU Al Asyhar (2008-2011) dan MA Negeri Insan Cendekia Serpong, Tangerang Selatan Banten (2011-2014). Pada tahun 2014 penulis diterima di Departemen Kimia FIA ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN Undangan serta terdaftar dengan NRP. 1414 100 059. Selama masa kuliah penulis aktif dalam organisasi HIMKA-ITS sebagai staff Departemen Sosial HIMKA-ITS periode 2015/2016, Wakil Ketua Chemistry Week periode 2015-2016, Ketua HIMKA-ITS periode 2016-2017. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di Seksi Pengendalian Proses dan Seksi Jaminan Mutu PT Semen Indonesia Pabrik Tuban selama kurang lebih 1 bulan. Pada akhir masa studi penulis melakukan penelitian yang berjudul “Studi Adsorpsi Zat Warna Auramin Menggunakan ZSM-5” di bawah bimbingan Dr. Djoko Hartanto, M.Si Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi banyak orang.