



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

Tania Prameswari*), Eko Budi Susatyo dan Agung Tri Prasetya

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima Maret 2014
Disetujui Maret 2014
Dipublikasikan Mei 2014

Kata kunci:
membran kitosan-silika
dekolorisasi
rejeksi
congo red

Abstrak

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

Abstract

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

Pendahuluan

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan aplikasinya sangat luas. Salah satu pemanfaatan serbuk silika adalah sebagai bahan pembuat membran padat. Penelitian Suwarsa (1998), memanfaatkan abu sekam padi untuk penyerapan zat warna tekstil *BR Red HE 7B*. Gugus -OH selulosa dalam abu sekam padi mampu bereaksi dengan gugus-gugus yang ada pada zat warna tekstil sehingga zat warna tersebut terikat pada abu sekam padi.

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

Zat warna terutama yang sintetis bersifat *non-degradable*, beracun, dan stabil (Gupta, *et al.*; 2004). Salah satu zat warna sintetis yang memiliki bahaya terhadap kesehatan tubuh manusia adalah *Congo Red*. Zat warna tersebut biasa digunakan pada industri tekstil. Limbah dari zat warna tersebut biasanya hanya dibuang ke lingkungan tanpa penanganan lanjutan. Filtrasi dan dekolonisasi merupakan salah satu cara untuk mengurangi intensitas zat warna tersebut. Berdasarkan latar belakang masalah di atas, penulis melakukan penelitian mengenai metode dekolonisasi zat warna *Congo Red* dengan menggunakan membran kitosan-silika abu sekam padi hasil sintesis.

Metode Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: alat-alat gelas, inkubator, *oven*, ayakan 100 mesh, neraca analitik AND GR-200, *tube furnace* 79400, *hotplate stirrer*, Shimadzu *x-ray diffractometer-7000*, pompa vakum, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1240,

spektrometer FT-IR Shimadzu-8201pc, AAS model Analyst 100 buatan Perkin Elmer, *digital CCD Microscope MS-804*. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan, sekam padi, akuades, HCl, NaOH, CH₃COOH, zat warna *Congo Red* buatan Merck dengan *grade pro analyst*.

Sekam padi yang telah dicuci kemudian dikeringkan. Pengerangan dilakukan dengan cara dijemur dengan sinar matahari kemudian menggunakan *oven*. Pengarangan, sekam padi dipanaskan hingga menjadi arang (berwarna hitam) pada tungku terbuka. Arang sekam padi diabukan dalam *furnace* pada suhu 600°C selama 3 jam, kemudian diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

Pemurnian dilakukan dengan menggunakan asam. Pengasaman dilakukan untuk memisahkan silika dari abu sekam padi dan memurnikan silika dari impuritas. Proses pengasaman dilakukan dengan cara abu sekam padi dimasukkan kedalam cawan petri kemudian dibasahi dengan akuades panas, selanjutnya ditambahkan 5 mL HCl 36% diuapkan sampai kering selama 6 jam. Setelah abu sekam kering, dipindahkan kedalam gelas piala kemudian dituangkan 20 mL akuades dan 1 mL HCl 36% kemudian dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* selama 5 menit. Campuran tersebut disaring dengan kertas saring dan dicuci sebanyak 4-5 kali dengan akuades panas. Hasil dari penyaringan dipanaskan bersama kertas saringnya mula-mula pada suhu 300°C selama 30 menit sampai kertas saring menjadi arang kemudian dilanjutkan dipanaskan pada suhu 600 dan 800°C dengan menggunakan *furnace*. Diperoleh silika berwarna putih (Handayani; 2009). Silika hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer-7000* untuk mendapatkan kristalinitasnya.

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

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

Hasil dan Pembahasan

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

Sekam padi hasil sintesis dihitung rendemen yang dihasilkan. Rendemen yang dimaksud adalah banyaknya silika (SiO_2) yang dihasilkan dari abu sekam padi. Data yang diperoleh untuk perhitungan rendemen silika abu sekam padi dapat dilihat dari Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil rendemen silika abu sekam padi

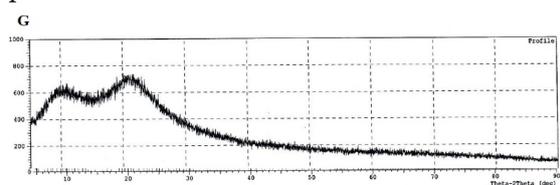
No	Massa Arang Sekam Padi (gram)	Massa Abu Sekam Padi (gram)	Kadar Abu Sekam Padi (%)
1.	180	90,6482	49,6398
2.	250	122,0160	51,1936
3.	250	119,3080	52,2768
Kadar rata-rata abu sekam padi			51,0367%

Silika hasil sintesis yang telah dikarakterisasi merupakan bahan yang digunakan dalam pembuatan membran yang akan dicampurkan dengan larutan kitosan 2%. Silika yang ditambahkan dalam bentuk larutan natrium silikat karena akan lebih mudah larut dengan larutan kitosan daripada silika serbuk. Padatan natrium silikat yang terbentuk berwarna coklat keputihan. Padatan natrium silikat kering dilarutkan dengan 200 mL aquademin dan didiamkan satu malam agar terbentuk larutan natrium silikat. Larutan yang telah terbentuk kemudian disaring yang bertujuan untuk memisahkan endapan yang tidak larut. Larutan natrium silikat yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan.

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

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

Analisis menggunakan XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristalin dari serbuk silika hasil sintesis. Difraktogramnya disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram silika

Puncak tajam serbuk silika $2\theta = 22,5200$ dibandingkan dengan JCPDS nomor 39-1425 ternyata hampir sama. Pada data JCPDS

tersebut terdapat puncak tajam $2\theta = 22,003$. Dari data hasil pencocokan tersebut, silika hasil sintesis merupakan fase amorf.

Membran dibuat dengan metode inversi fasa dimana terdapat proses transformasi polimer dari fasa cair menjadi fasa padat (membran). Dalam proses pencampuran larutan kitosan dengan natrium silikat dilakukan variasi volume, antara lain 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:1,5; 1:2. Dengan komposisi kitosan-silika yang tepat, akan didapatkan pori dengan struktur yang lebih baik dan kuat seperti yang dilaporkan oleh Liu, *et al.* (2003). Namun dengan perbandingan kitosan yang terlalu rendah atau terlalu banyak akan dihasilkan membran yang rapuh akibat dari dinding porinya yang tipis dan tidak kuat menahan berat matriks.

Uji *Swelling* (pengembangan) pada membran ini bertujuan untuk memprediksi ukuran zat yang bisa terdifusi kedalam membran. *Swelling* juga dapat menandakan bahwa masih terdapat rongga diantara ikatan dalam polimer, yang mana rongga ini dapat mempengaruhi sifat mekanik dari polimer, semakin kecil rongga maka semakin tinggi sifat mekaniknya (Sartika; 2008). Hasil pengujian kapasitas penyerapan air oleh membran kitosan-silika disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Data hasil uji *swelling* membran kitosan-silika

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

Dari uji *swelling* dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi kitosan dalam membran maka hasil persen *swelling* semakin kecil, hal ini disebabkan dengan semakin tinggi konsentrasi kitosan maka jarak antar molekul dalam kitosan akan semakin rapat dan pori-pori yang terbentuk pada membran akan semakin kecil sehingga air sulit untuk berdifusi kedalam membran yang menyebabkan kemampuan mengembangnya kecil. Sebaliknya, semakin rendah konsentrasi kitosan dalam membran maka kemampuan mengembangnya besar, hal ini disebabkan dengan konsentrasi kitosan yang kecil maka semakin banyak pelarut yang digunakan atau semakin sedikit zat terlarutnya, maka pori-pori membran yang terbentuk semakin besar.

Uji fluks dilakukan untuk mengetahui volum permeat yang melewati suatu membran

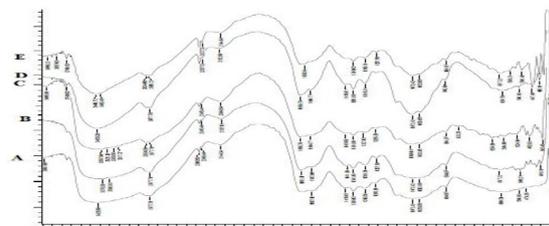
pada waktu tertentu dengan adanya daya tekanan, uji fluks juga dapat menentukan seberapa kuat membran dapat dilewati suatu cairan. Hasil dari fluks membran ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil fluks membran kitosan-silika

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

Dari data Tabel 3 dapat dilihat bahwa fluks terbesar adalah membran kitosan-silika 1:2. Hal tersebut dikarenakan membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran dengan konsentrasi silika paling banyak sehingga pori dalam membran ini lebih banyak terbuka ketika dilakukan perendaman dengan akuades. Membran kitosan-silika merupakan membran makropori yang cocok digunakan pada proses filtrasi karena ukuran pori yang besar sehingga di dapatkan nilai fluks yang baik (Ruckenstein & Zeng; 1999). Semakin besar fluks membran berarti sebanding dengan semakin banyaknya volume permeat yang dapat melewati membran tersebut.

Membran kitosan-silika yang telah disintesis kemudian dianalisis gugus fungsinya menggunakan FT-IR. Spektra FT-IR gabungan membran kitosan-silika ditunjukkan dengan Gambar 2.



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

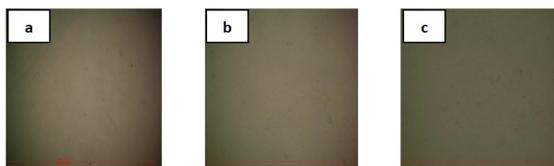
Dari spektra FT-IR gabungan membran yang ditunjukkan pada Gambar 2 dilakukan analisis gugus fungsi pada membran kitosan-silika. Hasil analisis yang diperoleh dari Gambar 2 dipaparkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Analisis gugus fungsi membran kitosan-silika

Jenis serapan	Membran 1:0	Membran 1:0,5	Membran 1:1	Membran 1:1,5	Membran 1:2
Si-O-C	-	617,22	655,80	601,79	617,22
Si-OH	-	894,97	894,97	902,69	894,97
Uluran Si-O-Si	-	1072,42	1080,14	1072,42	1072,42
Tekukan C-H	-	1381,03	1381,03	1381,03	1381,03
Tekukan CH ₂	1419,61	1411,89	1419,61	1419,61	-
CO-NH ₂	-	1651,07	1658,78	1658,78	1635,64
Uluran CH	2877,79	2877,79	2877,79	2877,79	2893,22
Uluran OH	3425,58	3379,29	3387,00	3453,29	3402,43
NH ₂	1597,06	1597,06	-	-	-

Dari Tabel 4 dapat dilihat terdapat beberapa serapan baru dalam membran kitosan-silika yaitu gugus Si-O-Si, Si-OH, uluran Si-O-Si, tekukan C-H, dan tekukan CH₂. Adanya gugus fungsi baru setelah penambahan silika menunjukkan bahwa silika yang ditambahkan telah berinteraksi dengan kitosan. Adanya gugus Si-OH menunjukkan ikatan hidrogen gugus silanol dari jaringan silika berinteraksi dengan gugus amida ataupun gugus oksida dalam kitosan. Interaksi silika dengan kitosan juga dapat dilihat dari menurunnya intensitas uluran N-H di daerah 3270-3290 cm⁻¹ yang bertumpang tindih dengan serapan OH. Hal tersebut disebabkan karena gugus N-H berinteraksi dengan silika yang ditambahkan. Pada membran kitosan-silika 1:0 terdapat serapan NH₃⁺ pada daerah 1597,06 cm⁻¹ dan tidak ditemukan serapan NH₂. Hal tersebut dikarenakan pada membran kitosan-silika 1:0 belum adanya koagulasi yang mengubah gugus NH₃⁺ menjadi gugus NH₂ sedangkan pada membran dengan penambahan silika telah melalui proses koagulasi dengan larutan NaOH pada saat pembuatan larutan natrium silikat sebagai sumber silika.

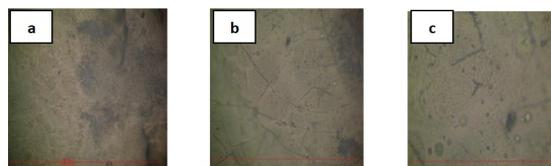
Pengujian morfologi penampang membran kitosan-silika menggunakan alat *CCD Microscope MS-804*. Pengujian dilakukan pada membran kitosan-silika 1:0 dan membran kitosan-silika 1:2 karena membran kitosan-silika 1:0 merupakan membran kitosan yang belum ditambahkan silika sedangkan membran kitosan-silika 1:2 merupakan membran yang telah ditambahkan silika dan mempunyai koefisien rejeksi tertinggi daripada membran lain yang telah ditambahkan silika. Hasil analisis disajikan pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. (a) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 400 kali, (b) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 1000 kali, (c) Penampang membran 1 : 0 perbesaran 2400 kali

Gambar 3 merupakan penampang membran 1:0 dengan berbagai ukuran perbesaran. Gambar 3.(a) menunjukkan perbesaran 400 kali. Dari gambar tersebut terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:0 permukaannya sangat rapat sehingga terlihat tidak terdapat rongga pada permukaannya. Selain itu permukaan membran 1:0 juga halus dan lebih homogen karena belum ditambahkan dengan silika. Gambar 3.(b) dan

(c) menunjukkan perbesaran 1000 kali dan 2400 kali untuk lebih memperjelas. Dari gambar tersebut lebih terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:0 sangat rapat dan halus.



Gambar 4. (a) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 400 kali, (b) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 1000 kali, (c) Penampang membran 1 : 2 perbesaran 2400 kali

Gambar 4 merupakan penampang membran kitosan-silika 1:2 dengan berbagai ukuran perbesaran. Gambar 4.(a) merupakan penampang membran kitosan-silika 1:2 dengan perbesaran 400 kali. Dari gambar tersebut sudah terlihat bahwa membran kitosan-silika 1:2 mempunyai rongga kecil akibat dari penambahan silika pada membran. Penambahan silika menyebabkan membran kitosan yang sangat rapat menjadi berongga karena muatan negatif dari kitosan yaitu OH⁻ bereaksi dengan silika sehingga akan menarik dan membentuk rongga-rongga kecil.

Gambar 4.(b) dan (c) merupakan membran kitosan-silika 1:2 dengan perbesaran 1000 kali dan 2400 kali. Dari gambar tersebut terlihat jelas terdapat rengkahan-rengkahan dan rongga kecil pada membran kitosan-silika 1:2. Adanya rongga tampak menyebar dan banyak sehingga keberadaan silika tidak terpusat pada satu tempat. Hal tersebut menyebabkan aplikasi membran kitosan-silika untuk filtrasi lebih maksimal.

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

Tabel 5. Panjang gelombang maksimal zat warna pada berbagai harga pH

pH	Panjang gelombang maksimal (nm)
5	499
6	501
7	497
8	499
9	498

Adanya perbedaan panjang gelombang maksimum pada harga pH tertentu disebabkan karena larutan zat warna mengalami perubahan sebagai akibat dari pergeseran warna dalam

bentuk ion atau molekulnya (Wardani; 2009). Perubahan warna dari zat warna meskipun sedikit yang disebabkan pengaruh pH akan berdampak langsung terhadap perubahan panjang gelombang dari zat warna tersebut. Panjang gelombang pada pH 5 menuju pH 6 dan pH 7 menuju pH 8 mengalami geseran merah atau geseran batokromat akibat adanya perubahan struktur pada kromofornya. Sedangkan panjang gelombang pH 6 menuju pH 7 dan pH 8 menuju pH 9 mengalami geseran biru atau geseran hipsokromat yang disebabkan karena adanya penghilangan auksokrom.

Optimasi pH terhadap filtrasi membran kitosan-silika bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum membran dalam berbagai harga pH pada saat proses filtrasi zat warna *Congo Red*. Pada Tabel 6. disajikan pengaruh pH terhadap filtrasi zat warna *Congo Red* oleh membran kitosan-silika.

Tabel 6. Hasil analisis koefisien rejeksi membran kitosan-silika dalam berbagai harga pH

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

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

Selain itu dari data *swelling* dan fluks mem-

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

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

Data konsentrasi setelah dekolonisasi, kemudian digunakan dalam perhitungan koefisien rejeksi membran. Hasil filtrasi zat warna *Congo Red* pada pH 5 disajikan dalam Tabel 7.

Tabel 7. Hasil filtrasi zat warna *Congo Red* pada pH optimal

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

Dari Tabel 7 dapat dilihat bahwa koefisien rejeksi semakin naik dengan penambahan silika ke dalam membran yang semakin banyak pula. Membran dengan koefisien rejeksi terbesar yaitu membran kitosan-silika 1:2 karena konsentrasi silika yang ditambahkan paling banyak dalam membran tersebut sehingga memungkinkan terjadi interaksi lebih antara zat warna *Congo Red* dengan membran kitosan-silika.

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. *Congo Red* mempunyai struktur di-azo dengan rantai panjang. Zat warna yang berkromofor azo ini yang paling banyak adalah zat warna reaktif. Zat warna reaktif terikat pada serat dengan ikatan kovalen yang sifatnya lebih kuat

daripada ikatan lainnya sehingga sukar dilunturkan. Zat warna azo adalah senyawa yang paling banyak terdapat dalam limbah tekstil, yaitu sekitar 60-70 % (Waite, *et al.*; 2006). Senyawa azo memiliki struktur umum $R-N=N-R'$. Senyawa ini memiliki gugus $-N=N-$ yang dinamakan struktur azo. Senyawa azo dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik. Senyawa azo aromatik bersifat stabil dan mempunyai warna menyala.

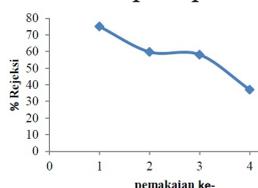
Proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* oleh membran kitosan-silika dilakukan dengan cara filtrasi. Permukaan membran kitosan-silika memiliki pori sedangkan zat warna *Congo Red* mempunyai ukuran molekul yang besar sehingga memungkinkan molekul zat warna tersebut tertahan di permukaan membran sehingga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

Pengulangan proses dekolorisasi zat warna *Congo Red* adalah untuk mengetahui ketahanan dan efektivitas membran kitosan-silika setelah digunakan untuk aplikasi. Pengulangan proses dekolorisasi dilakukan pada membran yang optimal yaitu membran kitosan-silika 1:2 pada pH 5. Pengulangan dilakukan sampai membran kitosan-silika mengalami penurunan kinerja secara efektif. Penurunan kinerja membran kitosan silika disajikan pada Tabel 8.

Tabel 8. Kinerja membran secara berulang

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

Dari Tabel 8 dapat dibuat grafik penurunan kinerja membran seperti pada Gambar 5.



Gambar 5. Penurunan kinerja membran

Dari Gambar 5 menunjukkan membran kitosan-silika dapat digunakan untuk 4 kali pemakaian karena setelah pemakaian keempat terjadi penurunan koefisien rejeksi secara signifikan sehingga untuk pemakaian selanjutnya kurang maksimal. Hal tersebut terjadi karena pori dari membran kitosan-silika mengalami fouling akibat adanya molekul-molekul yang terakumulasi pada permukaan membran dan menempati pori-pori membran dan terjebak di dalamnya.

Simpulan

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

Daftar Pustaka

- Aryanto, A.Y. 2002. *Pemanfaatan kitosan dari limbah kulit udang (crustacea) sebagai bahan untuk pembuatan membran*. Skripsi. Bogor: Departemen Teknologi Industri Pertanian IPB
- Gupta, V.K., Mittal, A., Krishnan, I., Gajbe, V. 2004. Adsorption Kinetics and Column Operations for The Removal and Recovery of Malachite Green From Wastewater Using Bottom Ash. *Separation and Purification Technology*: Inpress
- Handayani, E. 2009. *Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika Dari Sekam Padi Dan Kitosan Sebagai Matriks Biopolimer*. Tesis. Institut Pertanian Bogor: Bogor
- Jin J, Song M, Hourston DJ. 2004. Novel Chitosan Based Film Cross Linking by Genepin with Improved PHysical Properties. *Biomacromol*. 5: 165-168
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. 73: 257-262
- Liu, J., Xin, C., Zhengzhong, S., Ping, Z. 2003. Preparation and Characterization of Chitosan/Cu (II) Afinity Membrane for Urea adsorption. *Inc.j Appl Polym Sci*. 90: 1108-1112

- Sartika, A. 2008. *Sintesis dan Karakterisasi Membran komposit Kitosan-Lumpur Lapindo*. Skripsi. Surabaya: Universitas Airlangga
- Suwarsa, S. 1998. Penyerapan Zat Warna Tekstil BR Red HE 7B Oleh jerami Padi. *JMS*. Vol.3 No.1 : 32-40. Jurusan kimia ITB: Bandung
- Wang, H., Fang, Y., Yan, Y. 2001. Surface Modifications of Chitosan Membranes By Alkalene Vapor Plasma. *J Mol Catal A: Chem*. 11: 911-918
- Waite, T.D., 2006. *Toxic Organic Destruction by Electron Beam Irradiation: an innovative Technology for Developing Countries*. University of Miami. Coral Gables: Florida
- Wardani, H.W. 2009. *Adsorpsi Zat Warna Tekstil Erichrome Black T dengan Menggunakan Serbuk Biji Kelor*. Thesis. UNNES: Semarang
- Zulfikar, M.A dan Ali M.B. 2006. Sintesis and Characterization of Poly (Methyl Methacrylate)/SiO₂ Hybrid membranes: Effect of silika Content on Membrane structure. *Jurnal Matematika Sains*. Bandung: ITB