



Nanosilika Berbahan Dasar Batu Padas Sebagai Adsorben Zat Warna Sintetis Rhodamin B

Anis Shofiyani✉, Yusnita Rahmiyati, dan Titin Anita Zaharah

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura
Jln. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak 78124

Info Artikel

Diterima September 2020

Disetujui Oktober 2020

Dipublikasikan November 2020

Keywords:

*batu padas
nanosilika
adsorpsi
rhodamin B
pengaruh pH*

Abstrak

Batu padas merupakan batuan sedimen yang mengandung 70-95% silika. Komposisi silika yang cukup tinggi tersebut memungkinkannya dikembangkan sebagai bahan dasar sintesis nanosilika. Pada penelitian ini sintesis nanosilika dilakukan dengan metode sol-gel melalui tahapan hidrolisis natrium silikat dan kondensasi gel silika. Karakterisasi nanosilika dilakukan dengan metode difraksi sinar-X (XRD), scanning dengan mikroskop elektron (SEM) dan spektrofotometri inframerah (FTIR). Nanosilika yang dihasilkan selanjutnya digunakan untuk adsorpsi zat warna sintetis (ZWS) rhodamin B dari larutan pada pH yang divariasi 2-9. Data XRD menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan merupakan campuran mineral kuarsa dan kristobalit, dan citra SEM memperlihatkan ukuran partikel sebesar 74-123 nm yang sebagian besar dijumpai dalam bentuk aglomerat. Adsorpsi rhodamin B pada nanosilika hasil sintesis tercapai optimum pada pH 4-6 dengan kapasitas maksimum adsorpsi sebesar 7.80 mg/g adsorben.

Abstract

Solid rock is a sedimentary rock that contains 70-95% silica. The relatively high silica composition allows it to be developed as a base for nano-silica synthesis. In this study, the synthesis of nano-silica was carried out by the sol-gel method through the hydrolysis of sodium silicate and silica gel condensation. Nanosilica characterization was carried out using X-ray diffraction (XRD), scanning with electron microscopy (SEM), and infrared spectrophotometry (FT-IR). The resulting nano-silica was then used for adsorption of rhodamine B synthetic dye from the solution at varying pH 2-9. XRD data show that the resulting silica is a mixture of quartz and cristobalite minerals, and SEM images show a particle size of 74-123 nm, mostly in the form of agglomerates. The optimum adsorption of rhodamine B on the synthesized nano-silica was at pH 4-6 with a maximum adsorption capacity of 7.80 mg / g of adsorbent.

© 2020 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:
Jln. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak 78124
E-mail: anis.shofiyani@chemistry.untan.ac.id

Pendahuluan

Nanosilika merupakan material berpori yang memiliki luas permukaan besar, stabilitas fisikokimia dan stabilitas termal yang tinggi serta sifat elastisitas yang rendah (Kalapathy *et al.*, 2000). Nanosilika dikenal juga sebagai material yang mempunyai biokompatibilitas cukup baik dengan jaringan tubuh. Berdasarkan sifat yang dimiliki tersebut, nanosilika banyak dimanfaatkan dalam bidang industri, lingkungan dan kesehatan, diantaranya sebagai material penguat semen (Aggarwal *et al.*, 2015); beton (Eddhie, 2017); keperluan biomedis (Murillo, 2014); membran penyaring molekular (Fard *et al.*, 2018); membran desalinasi (Singha *et al.*, 2019); adsorben logam berat (Kristianingrum *et al.*, 2017), pembersih tumpahan minyak (Olalekan *et al.*, 2014); adsorben limbah cair industri sawit (Chitra *et al.*, 2019); adsorben zat warna sintetis (Rovani *et al.*, 2018), dan kegunaan-kegunaan fungsional lainnya.

Nanopartikel silika umumnya disintesis menggunakan prekursor sintetis yang harganya relatif mahal melalui tahapan reaksi yang rumit. Penelitian-penelitian terkini diarahkan pada pemanfaatan berbagai jenis bahan bersifat limbah atau bahan alam yang kesediannya melimpah. Beberapa jenis bahan yang telah dikaji pemanfaatannya untuk sintesis silika antara lain adalah abu bagasse (Akhinov, 2010); abu tungku (Setiawan *et al.*, 2015); abu tongkol jagung (Mohanraj *et al.*, 2012); abu limbah tebu (Rovani *et al.*, 2018); sekam padi (Pratomo *et al.*, 2013; Firihi & Sudiana, 2016; Shinohara & Kohyama, 2004); dan pasir pantai (Meyori *et al.*, 2018; Ramadhan *et al.*, 2014). Penggunaan bahan alam atau limbah sebagai sumber silika memerlukan teknik pemisahan khusus dikarenakan adanya material lain sebagai pengotor yang dapat mengganggu jalur sintesis yang digunakan.

Salah satu diantara bahan alam yang dapat dikembangkan potensinya sebagai sumber silika adalah batu padas. Batu padas tergolong batuan sedimen yang merekat bersama silika, besi oksida ataupun tanah liat dengan penyusun utama silika (SiO_2) dan aluminium oksida (Al_2O_3) (Sukirno *et al.*, 2017). Batuan jenis ini banyak ditemukan di daerah pegunungan gamping di daerah Jawa. Beberapa daerah di Kalimantan Barat juga kaya akan material batu padas, diantaranya terletak di kecamatan Singkup, kabupaten Ketapang. Masyarakat setempat memanfaatkan batu padas sebagai material bangunan bahan pondasi rumah permanen dan semi permanen. Selain itu, juga banyak dimanfaatkan sebagai bahan kerajinan tangan seperti patung, ukiran dan ornamen hiasan rumah.



Gambar 1. Bukit Padas Singkup, Ketapang

Tabel 1. Komposisi unsur penyusun sampel batu padas Singkup berdasarkan hasil XRF (Sukirno *et al.*, 2017)

Unsur logam	% massa relatif
Si	67,539
Al	25,622
K	4,440
Fe	0,590
Cl	0,050

Pada penelitian ini dikaji sintesis nanosilika dan pemanfaatannya sebagai adsorben ZWS rhodamin B. Rhodamin B merupakan zat warna yang banyak digunakan dalam industri tekstil dan kertas. Masuknya zat warna rhodamin B dalam perairan merupakan permasalahan lingkungan yang serius. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.239/Men.Kes/Per/V/1985 dan Dirjen Pengawasan Obat dan Makanan No. 00386/C/SK/II/1990, rhodamin B termasuk dalam 30 zat warna berbahaya yang tidak boleh terdapat dalam makanan, obat dan kosmetika. Masuknya molekul rhodamin B dalam tubuh manusia dapat menimbulkan masalah serius karena dapat menyebabkan iritasi saluran pernafasan, iritasi

kulit, iritasi pada mata, iritasi pada saluran pencernaan, keracunan dan kanker hati (Sumarlin, 2010). Berdasarkan hal tersebut, maka limbah ZWS rhodamin B perlu diolah terlebih dahulu sebelum dibuang ke lingkungan. Pada penelitian ini penurunan kadar rhodamin B dilakukan dengan metode adsorpsi pada nanosilika dari batu padas Ketapang dengan mempelajari variabel pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi.

Metode

Alat-alat yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, oven, neraca analitik, dan *skaher*. Sedangkan instrumentasi yang digunakan adalah alat SEM (JEOL JED-2300), XRD (*PANalytical XPERT-PRO*), spektrofotometer FT-IR (*Perkin Elmer Spectrum Version 10.4.00*), dan Spektrofotometer UV-Vis (*Shimadzu UV-1280*). Bahan kimia yang digunakan pada penelitian mempunyai derajat p.a. terdiri dari HCl (Merck), NaOH (Merck), rhodamin B (*Merck*) dan akuades. Sampel batu padas diambil dari kecamatan Singkup, kabupaten Ketapang, Kalimantan Barat.

Preparasi sampel batu padas. Batu padas dicuci dengan air hingga bersih dari pengotor-pengotor besar seperti sisa daun-daunan dan ranting pohon, kemudian dikeringkan. Sampel kering digerus, diayak ukuran 100 mesh, direndam dalam air panas selama 2 jam dan kemudian dikeringkan pada oven 105°C selama 6 jam.

Sintesis nanosilika dilakukan dengan menimbang sebanyak 50 g sampel batu padas, direaksikan dengan 250 mL NaOH 7M dan pada temperatur 80°C selama 3.5 jam disertai pengadukan. Hasil refluks didinginkan dan disaring. Ke dalam filtrat hasil penyaringan diteteskan larutan HCl pekat hingga pH larutan mencapai 6,5-7. Produk selanjutnya di-aging pada temperatur 60°C selama 3 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan cara penyaringan, dicuci dengan akuades hingga pH netral dan kemudian dipanaskan dalam oven pada temperatur 105°C selama 24 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan metode spektrofotometri FTIR, XRD dan SEM.

Penentuan pengaruh pH adsorpsi dilakukan dengan mengontakkan sebanyak 0,1 g adsorben nanosilika dengan 10 mL larutan rhodamin B konsentrasi 100 mg/L selama 120 menit. Keasaman media divariasi pada pH 2-9. Setelah adsorpsi, larutan dipisahkan dari padatan dengan cara penyaringan. Perubahan konsentrasi larutan pada setiap pH ditentukan menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 556 nm. Jumlah ZWS rhodamin B teradsorpsi (Q_e) pada setiap pH ditentukan berdasarkan:

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e) \times V}{W}$$

C_0 : konsentrasi awal ion rhodamin B (mg/L)

C_e : konsentrasi ion rhodamin B pada kesetimbangan (mg/L)

V : volume adsorpsi (mL)

W : berat adsorben (g)

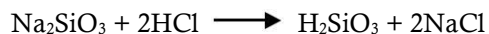
Hasil dan Pembahasan

Sintesis nanosilika pada penelitian ini dilakukan menggunakan proses sol-gel. Proses sol-gel banyak dikembangkan dalam sintesis silika nanopartikel karena kemampuannya untuk mengontrol distribusi, morfologi dan ukuran partikel material yang dihasilkan (Rahman & Padavettan, 2012).

Ekstraksi silika dari sampel batu padas dilakukan menggunakan larutan NaOH 7 M. Pada proses ini, batu padas akan terdegradasi dan komponen silika pada batu padas bereaksi dengan NaOH sebagai berikut:

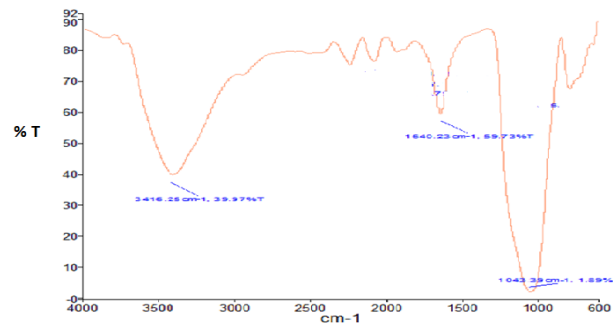


Sistem yang dihasilkan melalui reaksi di atas bersifat basa (pH > 14) dengan terbentuknya larutan natrium silikat. Silika diendapkan dari natrium silikat dengan cara meneteskan larutan HCl pekat. Reaksi natrium silikat dengan HCl menghasilkan suatu dispersi pekat yang dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat sebagai berikut:

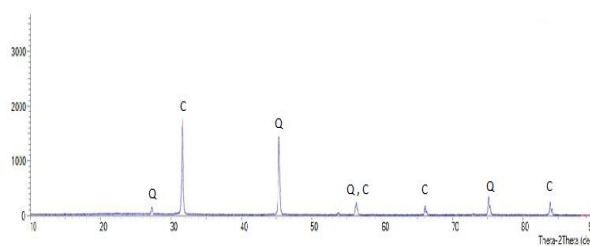


Pada pH mendekati 7, reaksi polimerisasi berlangsung cepat sehingga seluruh sol asam silikat diubah menjadi gel silika. Untuk menguatkan struktur jejaring polimer, dilakukan *aging* pada temperatur 60°C.

Introduksi perlakuan panas dilaporkan berpengaruh terhadap laju nukleasi atau penataan struktur inti kristal (Chitra *et al.*, 2019). Gel yang terbentuk dipisahkan dari larutan, dicuci dengan akuades hingga bebas klorida, kemudian dikeringkan dalam oven 105°C untuk menguapkan sisa pelarutnya. Silika yang dihasilkan dikarakterisasi dengan spektrofotometri FTIR, XRD dan SEM. Hasilnya disajikan berturut-turut pada Gambar 2, 3, dan 4.

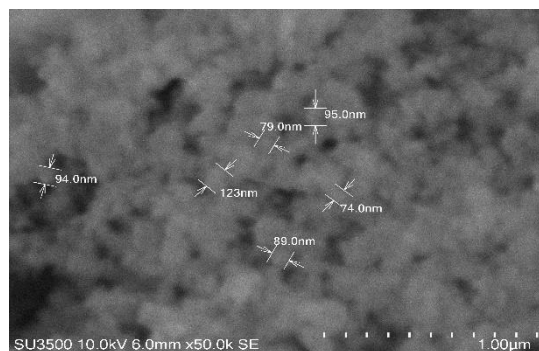


Gambar 2. Spektrum nanosilika hasil sintesis



Gambar 3. Difraktogram nanosilika hasil sintesis

Gambar 3 memperlihatkan difraktogram silika hasil sintesis. Analisis XRD dilakukan dengan cara membandingkan kesesuaian 3 puncak tertinggi hasil analisis dengan standar silika. Sesuai dengan ICDD No. 00-003-0271 dan 01-083-287, silika hasil sintesis diidentifikasi sebagai campuran mineral kristobalit dan kuarsa.

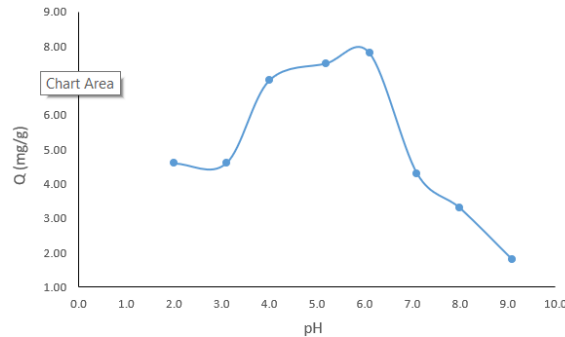


Gambar 4. Morfologi permukaan nanosilika

Puncak serapan inframerah karakteristik pada nanosilika hasil sintesis ditunjukkan melalui bilangan gelombang 3416 cm^{-1} dan 1640 cm^{-1} dari vibrasi regangan dan tekukan -OH; bilangan gelombang 920 cm^{-1} dari vibrasi regangan Si-OH; serta bilangan gelombang 1043 cm^{-1} yang didukung 470 cm^{-1} dari vibrasi gugus Si-O-Si yang menandai terbentuknya jejaring silika. Data XRD dan serapan FT-IR saling menguatkan bahwa silika telah berhasil disintesis. Sedangkan berdasarkan hasil SEM, silika hasil sintesis dapat digolongkan sebagai nanopartikel dengan kisaran ukuran 74-123 nm, namun demikian morfologi permukaan memperlihatkan bahwa sebagian besar partikel masih berada dalam bentuk aglomerat.

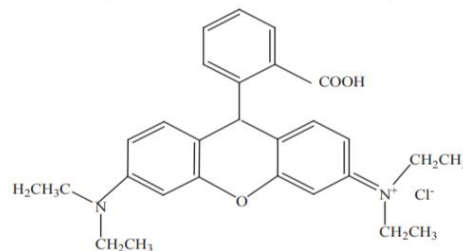
Derajat keasaman (pH) merupakan salah satu faktor yang sangat berpengaruh dalam adsorpsi. Hal ini berkaitan dengan bentuk spesies adsorben maupun adsorbat yang terlibat dalam proses adsorpsi. Pada penelitian ini pengaruh pH dipelajari dengan cara mengontakkan adsorben nanosilika dengan larutan rhodamin B, masing-masing pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, dan 9. Setelah waktu kontak 120 menit, larutan disaring dan filtrat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ maksimum 556 nm. Hasil penelitian ditunjukkan melalui Gambar 5.

Data pengaruh pH memperlihatkan bahwa adsorpsi rhodamin B pada nanosilika tercapai pada pH optimum 4-6 dengan jumlah ion teradsorpsi maksimum sebesar 7,80 mg/g adsorben. Pada pH media yang sangat asam (< 4), kemungkinan terjadi kompetisi antara adsorbat dengan ion-ion H⁺ dalam larutan yang mengakibatkan jumlah ion teradsorpsi relatif rendah. Sedangkan pada pH media yang basa (>7), adsorpsi juga rendah. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh tolakan elektrostatis antara gugus fungsional adsorben dan ZWS yang sama-sama mengalami deprotonasi. Berdasarkan data profil pH yang dihubungkan dengan karakteristik material nanosilika, diindikasikan bahwa adsorpsi rhodamin B terjadi dengan melibatkan mekanisme fisika maupun kimia.



Gambar 5. Pengaruh pH terhadap adsorpsi rhodamin B pada nanosilika

Mekanisme fisika melibatkan pemerangkapan ion rhodamin ke dalam pori dari nanosilika, sedangkan mekanisme adsorpsi kimia diduga melibatkan gugus fungsional pada permukaan silika. Mekanisme kimia diduga terjadi melalui interaksi elektrostatis antara permukaan silika yang bermuatan positif dengan ion klorida dari rhodamin B yang bermuatan negatif.



Gambar 6. Struktur kimia ZWS rhodamin B (Bhowal *et al.*, 2006)

Data penelitian tersebut sejalan dengan hasil penelitian Setiyanto *et al.* (2015) yang melaporkan bahwa adsorpsi rhodamin B pada xanthat dari kopi tercapai pada pH 6 dengan kapasitas maksimum sebesar 8,259 mg/g. Di sisi lain, Bhowal *et al.* (2006) melaporkan bahwa adsorpsi rhodamin B pada biomassa *Rhizopus orizae* tercapai maksimum pada pH 7,0. Hal tersebut juga dilaporkan oleh Purwiandono *et al.* (2018) yang melakukan adsorpsi rhodamin B pada kulit buah *Citrus sinensis* pada pH 7. Peneliti-peneliti tersebut melaporkan bahwa selain melibatkan mekanisme fisisorpsi (pemerangkapan) pada pori-pori adsorben, mekanisme pengikatan rhodamin B juga dimungkinkan terjadi melalui mekanisme kemisorpsi. Hal ini didukung oleh kesesuaian data dengan isoterm adsorpsi *Langmuir* maupun *Freundlich*.

Simpulan

Nanosilika dengan ukuran partikel 74-123 nm berhasil disintesis dari bahan dasar batu padas dengan metode sol-gel. Nanosilika hasil sintesis merupakan campuran mineral kuarsa dan kristobalit yang cenderung membentuk aglomerasi. Pemanfaatan nanosilika hasil sintesis sebagai adsorben ZWS rhodamin B mengindikasikan mekanisme adsorpsi fisika dan kimia. Adsorpsi optimum terjadi pada pH 4-6 dengan kapasitas maksimum sebesar 7.80 mg/g adsorben.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada DRPM Dirjen Dikti yang telah membantu pembiayaan penelitian melalui skim hibah riset pasca sarjana tahun 2019.

Daftar Pustaka

Aggarwal, P., Singh, R.P., & Aggarwal, Y. 2015. Use of Nano-Silica in Cement Based Materials-A Review. *Cogent Engineering*, 2(1): 1-26

- Bhowal, D.S., Das, A., & Arun K.G. 2006. Adsorption Behavior of Rhodamine B on Rhizopus oryzae Biomass. *Langmuir*, 22(17): 7265- 7272
- Chitra, F., Shofiyani, A., Rahmalia, W., Alimuddin, A. H. 2019. *Synthesis of Nanosilica from Padas Stone to Reduce The Total Organic Carbon of Palm Oil Waste*. 20(1): 39–46
- Eddie, J. 2017. Strength Development of High-Performance Concrete Using Nanosilica. *International Journal of Technology*, 8(4): 728–736
- Edi S, A. Shofiyani., Nurlina. 2017. Pembuatan Membran Komposit Si/PVA/PEG Berbahan Dasar Silika Batu Padas Singkup untuk Menurunkan Konsentrasi Ion Fosfat dalam Larutan. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 6(4): 1-9
- Fard, A.K., McKay, G., Buekenhoudt, A., Al Sulaiti, H., Motmans, F., Khraisheh, M., & Atieh, M. 2018. Inorganic Membranes: Preparation and Application for Water Treatment and Desalination. *Materials*, 11(1): 1-47
- Firihu, M.Z., & Sudiana, I.N. 2016. Kristalisasi Silika Xerogel dari Sekam Padi. *Aplikasi Fisika*, 12(1): 30-34
- Kristianingrum, S., Siswani, E. D., & Suyanta, S. 2017. Modification of Kelud Volcanic Ash 2014 As Selective Adsorbent Material for Copper(Ii) Metal Ion. *Jurnal Sains Dasar*, 5(1): 17-24
- Meyori, F., Elvia, R., & Candra, I.N. 2018. Kopresipitasi dari Pasir Pantai Panjang Bengkulu. *ALOTROP, Jurnal Pendidikan Dan Ilmu Kimia*, 2(1): 46–51
- Mohanraj, K., Kannan, S., Barathan, S., & Sivakumar, G. 2012. Preparation and Characterization of Nano SiO₂ from Corn Cob Ash by Precipitation Method. *Optoelectronics and Advanced Materials, Rapid Communications*, 6(3–4): 394–397
- Murillo, C.N. 2014. Multifunctional Silica-Based Nanoparticles for Biomedical Applications
- Olalekan, A.P., Dada, A.O., & Adesina, O.A. 2014. Review: Silica Aerogel as a Viable Absorbent for Oil Spill Remediation. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 04(04): 122–131
- Pratomo, I., Wardhani, S., & Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*, 2(1): 358–364
- Purwiandono, G., Lestari, P., Widodo, W., Marlina, M., & Aprilia, N. 2018. Adsorption Isotherm Studies of Rhodamine B on Citrus sinesis Peel. *Indonesian Journal of Chemical Research*, 3(1): 47–53
- Rahman, I.A., & Padavettan, V. 2012. Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites review. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1-16
- Ramadhan, N. I., Munasir, & Triwikantoro. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Serbuk SiO₂ dengan Variasi pH dan Molaritas Berbahan Dasar Pasir Bancar, Tuban. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, 3(1): 15–17
- Rovani, S., Santos, J.J., Corio, P., & Fungaro, D.A. 2018. Highly Pure Silica Nanoparticles with High Adsorption Capacity Obtained from Sugarcane Waste Ash. *ACS Omega*, 3(3): 2618–2627
- Setiawan, W.K., Indrasti, N.S., & Suprihatin. 2015. Synthesis and Characterization of Nanosilica from Boiler Ash with Co-Precipitation Method. *2015 3rd International Conference on Adaptive and Intelligent Agroindustry (ICAIA)*: 160–164
- Setiyanto. Riwayati, I., & Kurniasari. L. 2015. Adsorpsi Pewarna Tekstil Rodhamin B Menggunakan Senyawa Xanthat Pulpa Kopi. *Momentum*, 11(1): 24-28
- Shinohara, Y., & Kohyama, N. 2004. Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating. *Industrial Health*, 42(2): 277–285
- Singha, N.R., Karmakar, M., Chattopadhyay, P.K., Roy, S., Deb, M., Mondal, H., Mahapatra, M., Dutta, A., Mitra, M., & Roy, J.S.D. 2019. Structures, Properties, and Performances-Relationships of Polymeric Membranes for Pervaporative Desalination. *Membranes*, 9(58): 1-72

Sumarlin, L.O. 2010. Identifikasi Pewarna Sintetis pada Produk Pangan yang Beredar di Jakarta dan Ciputat. *Jurnal Kimia VALENSI*, 1(6): 274–283.