



**SINTESIS MATERIAL ALUMINASILIKAT MCM-41 SEBAGAI ADSORBEN
APLIKASI PENGOLAHAN LIMBAH CAIR TAPIOKA
DENGAN POST MODIFICATION METHOD**

Darmansyah*, Lisa Ardiana S.

Jurusan Teknik Kimia, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia

*email: darmansyah82@gmail.com

Abstrak

Material aluminasilikat MCM-41 telah diteliti sebagai adsorben untuk limbah cair tapioka. MCM-41 yang dihasilkan berasal dari perbandingan rasio $\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{H}_2\text{O}$ dengan komposisi berturut-turut sebagai berikut 40 : 1 : 100 dengan penambahan *seeding Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB) sebanyak 1 gram dan *clay* (tanah liat) sebanyak 0,5% wt/wt. Hasil XRD menunjukkan bahwa material adsorben yang terbentuk berupa senyawa material aluminasilikat MCM-41. Hasil analisis dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan kristal MCM-41 terbentuk dan berinteraksi secara baik dengan *clay*. Analisis dengan BET diperoleh luas permukaan, volume pori total, jari-jari pori rata-rata dan tebal dinding pori dari material aluminasilikat MCM-41 berturut-turut sebesar $994 \text{ m}^2/\text{gram}$; 0,963 m^3/gram ; 1,893 nm dan 0,491 nm. dan persentase *removal efficiency* sianida sebesar 98,2%.

Kata kunci : adsorben, *clay*, *fly ash*, limbah, MCM-41, tapioka

1. Pendahuluan

Pencemaran limbah industri adalah salah satu isu utama yang berkembang saat ini, tingkat pencemaran yang diakibatkan oleh limbah industri baik padat maupun cair sudah mencapai taraf yang mengkhawatirkan. Hal ini dapat membahayakan kesehatan bagi seluruh makhluk hidup khususnya manusia [1].

Limbah berdasarkan Pasal 1 angka (20) Undang-Undang No. 32 tahun 2009 tentang Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup (UUPPLH) adalah sisa suatu usaha dan/atau kegiatan. Limbah bahan berbahaya dan beracun Limbah B3 berdasarkan Pasal 1 angka (22) UUPPLH adalah sisa suatu usaha dan/atau kegiatan yang mengandung B3. Bahan berbahaya dan beracun yang selanjutnya disingkat B3 berdasarkan Pasal 1 angka (20) UUPPLH adalah zat, energi, dan/atau komponen lain yang karena sifat, konsentrasi; dan/atau jumlahnya, baik secara langsung maupun tidak langsung, dapat mencemarkan dan/atau merusak lingkungan hidup, dan/atau membahayakan lingkungan

hidup, kesehatan, serta kelangsungan hidup manusia dan makhluk hidup lain [2].

Salah satu sisa usaha atau kegiatan yang mengadung limbah B3 adalah limbah *fly ash* batubara (FAB). FAB adalah produk limbah dari sisa pembakaran batubara di dalam boiler pada suatu pembangkit listrik. Produksi FAB tahunan secara global adalah sekitar 800 juta ton dan jumlah ini diprediksi akan meningkat tiap tahunnya, karena adanya pembangunan stasiun-stasiun pembangkit listrik lain di seluruh dunia [3]. Padahal laju pemanfaatan limbah FAB secara global diseluruh dunia hanya berkisar 15% pertahun [4], masalah ini merupakan tantangan penting bagi kita untuk dapat lebih meningkatkan penggunaan limbah FAB sebagai material baru yang lebih bermanfaat dan memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Saat ini, efisiensi pemanfaatan limbah FAB menjadi isu utama lingkungan diseluruh dunia, karena produksinya yang sangat besar (*massive*) dan FAB dapat menimbulkan efek buruk bagi



lingkungan [5]. Salah satu cara untuk menekan produksi FAB secara cepat dan efisien adalah dengan memanfaatkan limbah FAB menjadi material aluminasilikat MCM-41, karena komposisi di dalam limbah FAB banyak mengandung senyawa SiO_2 (60 – 70 wt%) dan Al_2O_3 (16 – 20 wt%) [6]. Meskipun pemanfaatan limbah FAB dalam dunia konstruksi seperti pembangunan jalan, reklamasi pantai dan restorasi tanah, namun kebutuhannya masih sangat terbatas [7]. Sehingga konversi limbah FAB sebagai bahan baku material aluminasilikat MCM-41 sangat menjanjikan untuk dikembangkan.

Material aluminasilikat MCM-41 memiliki struktur pori yang seragam, luas permukaan area yang besar dan memiliki stabilitas thermal yang tinggi [8]. Material aluminasilikat MCM-41 memiliki struktur hexagonal dengan struktur pori uni-dimensional dengan ukuran pori antara 2 - 50 nm [9]. Beberapa bidang ilmu teknologi yang terkait dengan energi dapat memanfaatkan kelebihan dari sifat material aluminasilikat MCM-41, antara lain dalam bidang ilmu-ilmu dasar, ilmu tentang petrokimia, konservasi energi, kedokteran, sensor kimia, dan pemurnian udara, sedangkan dalam bidang lingkungan Material aluminasilikat MCM-41 dapat digunakan sebagai remediiasi limbah [10]. Dengan pemanfaatan material aluminasilikat MCM-41 dari fly ash batubara dapat menghemat biaya pengeluaran untuk pengolahan limbah [11].

Penelitian ini telah dilakukan sintesis material aluminasilikat MCM-41 sebagai *molecular sieve* dengan menggunakan *fly ash* batubara, *clay* dan CTAB dengan perbandingan berat adalah 40 : 1 : 0,5. Reaksi pembentukan material aluminasilikat MCM-41 ini dilakukan pada suhu 25 °C mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh K. S. Hui, et al. 2006. Hasil material aluminasilikat MCM-41 telah diaplikasikan sebagai adsorben untuk menurunkan kadar sianida dalam limbah cair tapioka.

2. Metode Penelitian

2.1 Material

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *fly ash* batubara, FAB berasal dari *power plant* di Tarahan, Lampung Selatan. FAB dipanaskan di dalam oven pada suhu 120°C selama 30 menit. Pemanasan ini dilakukan untuk menghilangkan air yang terdapat di dalam pori-pori FAB dan juga untuk menghilangkan senyawa pengotor lain seperti CO_2 , CO , SO_2 , dan lain sebagainya.

2.2 Ekstraksi Sumber Si

Campurkan 50 gram FAB dan 500 ml larutan NaOH 2M di dalam suatu wadah Polietilen volume 1 liter yang diletakan di dalam suatu *oil bath* pada kondisi suhu 100°C selama 4,5 jam sambil diaduk dengan kecepatan pengaduk 300 rpm. Lalu larutan sampel tadi dipisahkan dari campuran melalui proses penyaringan. Larutan hasil tersebut kemudian dianalisis dengan menggunakan metode gravimetri untuk menentukan konsentrasi Si, Al dan Na.

2.3 Persiapan pembuatan larutan MCM-41

Larutan sumber MCM-41 disiapkan terlebih dahulu dengan mengikuti prosedur berikut :

1. Larutan Si sebanyak 82 ml dicampur dengan 1 g CTAB.
2. Panaskan dengan suhu 85°C dan diaduk dengan kecepatan 300 rpm untuk memperoleh larutan aqueous.
3. Tambahkan 3,1 ml etil asetat dan pengadukan dipercepat sampai dengan 600 rpm selama 10 menit.
4. Kemudian larutan yang dihasilkan tersebut didinginkan pada suhu 25°C secara alami.

2.4 Produksi MCM-41

Untuk prosedur pembuatan material aluminasilikat MCM-41 sebagai berikut :

1. Ambil larutan MCM-41 sebanyak 10 ml, lalu atur pH larutan dengan penambahan 5,25N H_2SO_4 .



- sedikit demi sedikit dengan pengadukan secara perlahan 50 rpm sampai pH larutan 6,9.
2. Kemudian larutan didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam.
 3. Material yang dihasilkan dicuci dengan air deionisasi dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam.
 4. Material Aluminasilikat yang dihasilkan dicampur dengan clay 0,5%.
 5. Campuran material aluminasilikat dan clay kering yang didapat, kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam pada laju pemanasan 10 °C/min.

2.5 Pengolahan Limbah Cair

Penelitian kapasitas penyerapan adsorben MCM-41 terhadap limbah dilakukan pada suatu *reactor batch* 250 ml pada suhu 25°C dengan pengadukan secara terus-menerus pada kecepatan pengadukan 600 rpm. Adsorben aluminasilikat MCM-41 sebanyak 0,5 gram dikontak dengan 100 ml air limbah tapioka yang mengandung sekitar 50 – 300 mg/l dengan pH awal 3 selama 24 jam. Kemudian saring dengan menggunakan kertas saring dengan ukuran lubang sekitar 0,45 µm dan diasamkan dengan penambahan 2% HNO₃ untuk menurunkan pH sampai dibawah 3. Lalu diukur kandungan limbah setelah kontak dengan adsorben dengan menggunakan ICP-AES. Sehingga diketahui jumlah kandungan logam pada air limbah tapioka yang baru. Untuk menentukan kapasitas penyerapan jumlah ion yang diserap per satuan massa adsorben dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut [9]:

$$q_e = \frac{C_0 - C_e}{m} \times V \quad (1)$$

Dimana :

- C₀ : konsentrasi ion logam mula-mula (mg/l)
C_e : konsentrasi ion logam keseimbangan (mg/l)
V : volume fase cair (l)
m : jumlah adsorben yang digunakan (g)

Percentase efisiensi ion logam yang hilang dapat dihitung menggunakan rumus berikut :

$$\text{Removal efficiency} = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\% \quad (2)$$

3. Karakterisasi

3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Dari hasil XRD ini dapat dilakukan karakterisasi secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif yaitu untuk mengetahui jenis kristal dengan cara membandingkan puncak-puncak difraktogram sampel dengan data difraktogram standar. Secara kuantitatif untuk mengetahui persen kristalinitas dengan cara membandingkan puncak tertinggi difraktogram sampel terhadap difraktogram standar pada nilai d (jarak antar unit sel) yang sama.

3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Uji ini dilakukan untuk melihat morfologi permukaan material dan struktur mikro dari material MCM-41 yang dianalisis.

3.3 Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Metode analisis ini digunakan secara luas untuk menentukan BET secara spesifik seperti untuk mengetahui luas permukaan, ukuran distribusi pori dan volume pori dari material aluminasilikat MCM-41.

4. Hasil dan Pembahasan

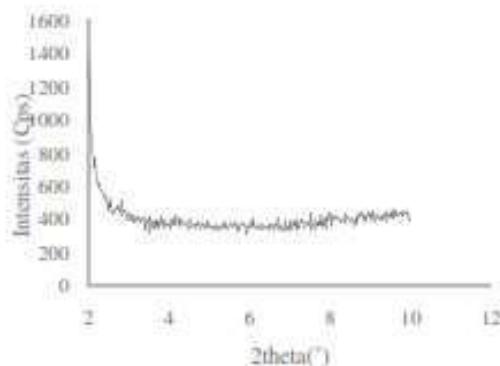
4.1 Analisis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Setelah dilakukan pengeringan pada padatan hasil kristalisasi, dalam penelitian ini tahap selanjutnya adalah kalsinasi padatan hasil tersebut di dalam sebuah furnace dengan suhu 550°C selama 4 jam dengan laju pemanasan 10°C/menit.

Tujuan dilakukannya kalsinasi ini adalah untuk mengaktifkan adsorben yang digunakan agar tidak terjadi penyumbatan pori oleh pengotor-pengotor yang masih terdapat di dalam pori padatan hasil.



Setelah dilakukan kalsinasi, hasil padatan material MCM-41 dikarakterisasi dengan menggunakan analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk memastikan bahwa produk material padatan yang dibuat tersebut benar berupa material aluminasilikat MCM-41. Dari hasil karakterisasi XRD diketahui bahwa material yang disintesis adalah benar berupa material aluminasilikat MCM-41, karena difraktogram sampel yang diuji sama dengan difraktogram standar material MCM-41. Seperti terlihat pada gambar berikut ini :



Gambar 1. Hasil analisis XRD MCM-41

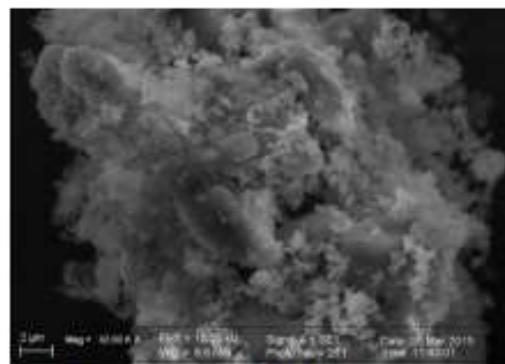
Dari Gambar 1. di atas dapat dilihat bahwa difraktogram MCM-41 hasil sintesis dari *fly ash* batubara merupakan material MCM-41, dimana terdapat puncak tertinggi difraktogram MCM-41 produk sintesis berada pada posisi yang sama dengan difraktogram MCM-41 standar yaitu pada posisi $2\theta = 2,17$ dengan intensitas kristalinitas MCM-41 sebesar 1400 Cps.

4.2 Analisis dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) bertujuan untuk melihat struktur permukaan material alumina silikat MCM-41. Berikut hasil uji SEM pada aluminasilikat MCM-41 yang disintesis dari *fly ash* batubara dengan perbesaran 32.000 kali.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa struktur kristal material aluminasilikat MCM-41 yang disintesis dari *fly ash* batubara telah terbentuk. Namun proses

terbentuknya kristal material aluminasilikat MCM-41 belum terbentuk secara sempurna, karena masih terdapat bentuk struktur yang tidak beraturan atau amorf.



Gambar 2. Hasil analisis SEM MCM-41

4.3 Analisis BET MCM-41

Untuk mengetahui struktur mikro material aluminasilikat MCM-41 yang didapat, sebagai berikut:

Tabel 1. Hasil Analisis BET MCM-41

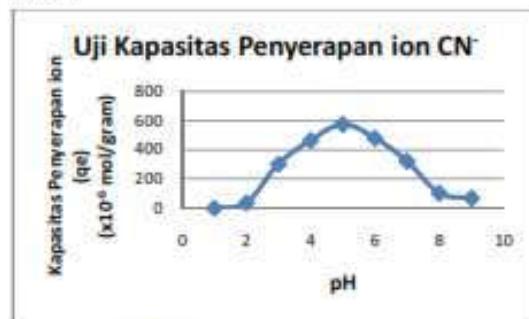
Material	Luas Permukaan (m^2/g)	Volume Pori Total (m^3/g)	Jari-jari Pori Rata-rata (nm)	Tebal Dinding Pori (nm)
MCM-41 + Clay	994,231	0,963	1,893	0,4910

Dari hasil analisis BET di atas diperoleh luas permukaan, volume pori total, jari-jari pori rata-rata dan tebal dinding pori dari material aluminasilikat MCM-41 berturut-turut sebesar $994,231 \text{ m}^2/\text{gram}$; $0,963 \text{ m}^3/\text{g}$; $1,893 \text{ nm}$ dan $0,4910 \text{ nm}$, ini menunjukkan bahwa pembentukan material MCM-41 berjalan dengan baik, terbentuknya partikel padatan dalam ukuran nano ini sesuai dengan yang diharapkan. Dari data analisis BET ini juga dapat dilihat bahwa di dalam material MCM-41 tidak terdapat logam-logam pengotor yang menghambat pori adsorben dan tidak terdapat penggumpalan partikel MCM-41.



4.4 Adsorpsi Sianida (CN⁻)

Pada penelitian ini yang menjadi fokus utama adalah melihat kinerja adsorpsi dari material aluminasilikat MCM-41 terhadap kemampuannya dalam menyerap ion logam sianida (CN⁻) yang terdapat pada air limbah cairan tepung tapioka. Dari hasil pengamatan mengenai kinerja adsorben MCM-41 akan diperoleh 2 hasil analisis utama, yaitu: kapasitas penyerapan ion (q_e) dan *removal efficiency* ion logam sianida. Berikut uraian mengenai hasil unsur kerja adsorben aluminasilikat MCM-41 terhadap ion logam sianida.



Gambar 3. Hasil uji kapasitas penyerapan ion CN⁻ oleh MCM-41

Dari grafik yang terdapat pada Gambar 3 di atas, menunjukkan bahwa pada pH sampel sebesar 1, kapasitas penyerapan ion logam CN⁻ yang terjadi belum signifikan. pada pH uji 2, kapasitas penyerapan ion logam CN⁻ mulai mengalami peningkatan sebesar 0.36×10^{-4} mol/gram. Peningkatan kapasitas penyerapan ini semakin meningkat dengan meningkatnya pH dan peningkatan kapasitas penyerapan ion logam optimal terjadi pada pH 5 sekitar 5.75×10^{-4} mol/gram. Kemudian pada uji dengan pH 6, 7, 8 dan 9 mengalami penurunan secara perlahan seperti terlihat pada Gambar 3. Ini berarti bahwa pada pH 5 adalah pH yang optimum untuk dilakukan adsorpsi ion logam CN⁻ oleh adsorben MCM-41, hal ini terjadi karena pada adsorben MCM-41 fasa aktif adsorben untuk melakukan tukar kation berjalan dengan baik pada pH 5 terutama untuk mengadsorpsi ion logam CN⁻.

5. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat dilihat bahwa dari analisis BET diperoleh luas permukaan, volume pori total, jari-jari pori rata-rata dan tebal dinding pori dari material aluminasilikat MCM-41 dan clay berturut-turut sebagai berikut $994 \text{ m}^2/\text{gram}$; $0.963 \text{ nm}^2/\text{gram}$; $1,893 \text{ nm}$ dan $0,491 \text{ nm}$. Dari analisis struktur kristal dengan metode XRD dan analisis morfologi dengan menggunakan SEM menunjukkan bahwa material yang dibuat adalah material aluminasilikat MCM-41. Dan analisis uji kinerja terhadap adsorpsi ion sianida menunjukkan bahwa adsorben material aluminasilikat MCM-41 dapat bekerja baik pada pH 5 dengan kapasitas penyerapan (q_e) sekitar 5.75×10^{-4} mol/gram.

Daftar Pustaka

- [1] Setiyono, 1999. Sistem Pengelolaan Limbah B-3 Di Indonesia. Kelompok Teknologi Pengelolaan Air Bersih dan Limbah Cair, Direktorat Teknologi Lingkungan, Deputi Bidang Teknologi Informasi, Energi, Material dan Lingkungan. Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. Jakarta.
- [2] Kementerian Lingkungan Hidup, 2013. [diakses pada tanggal 10 Maret 2013]
- [3] L. Williams, 2008, "From coal dust to carbon credits," in The University of New South Wales News.
- [4] Blin, J.L., Otjacques, C., Herrier, G., Su, Bao-Lian, 2001, "Kinetic Study of MCM-41 Synthesis", International Journal of Inorganic Material, 3, 75-86.
- [5] I. Twardowska, J. Szczepanska, "Solid waste: terminological and longterm environmental risk assessment problems exemplified in a power plant fly ash study," The Science of the Total Environment, 285, pp. 29- 51, 2002.
- [6] H. Misran, R. Singh, S. Begum, M.A. Yarmo, 2007, "Processing of mesoporous silica materials (MCM-41) from coal fly ash," Journal of Materials Processing Technology, 186, pp. 8-13.
- [7] K.S. Hui, et al., 2009, A Novel and Green Approach to Produce Nano-Porous Materials Zeolite A and MCM-41 from Coal Fly Ash and their Applications in Environmental Protection, Inter. J. Chem. Biol. Eng. 2:4: 165-175.



- [8] K.S. Hui, C.Y.H. Chao, 2008, "Methane emissions abatement by multi-ionexchanged zeolite A prepared from both commercial-grade zeolite and coal fly ash," Environmental Science & Technology, 42, pp. 7392-7397.
- [9] K.S. Hui, C.Y.H. Chao, 2006, "Synthesis of MCM-41 from coal fly ash by a green approach: Influence of synthesis pH," Journal of Hazardous Materials, 137, pp. 1135-1148.
- [10] C.W. Kwong, C.Y.H. Chao, K.S. Hui, M.P. Wan, 2008, "Catalytic ozonation of toluene over zeolite and MCM type materials," Environmental Science & Technology, 42, pp. 8504-8509.
- [11] H. Misran, R. Singh, S. Begum, M.A. Yarmo, 2007, "Processing of mesoporous silica materials (MCM-41) from coal fly ash," Journal of Materials Processing Technology, 186, pp. 8-13.