



Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Adsorpsi Komposit Silika/Karbon dari Limbah Sekam Padi sebagai Adsorben Tembaga (II)

Synthesis, Characterization, and Adsorption Test of Silica/Carbon Composites from Rice Husk Waste as Copper (II) Adsorbent

HARYONO*, ATIEK ROSTIKA NOVIYANTI, ENGELA EVY ERNAWATI

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran, Jl. Ir. Soekarno Km.21, Jatinangor – Sumedang 45363 Jawa Barat, Telepon: (022) 7797712 Sumedang
*haryono@unpad.ac.id

ARTICLE INFO

Article history:

Received 20 November 2021

Accepted 4 January 2023

Published 31 January 2023

Keywords:

Adsorbent

Silica/carbon composite

Copper pollutant

Rice husk

ABSTRACT

Copper ion as one of the pollutants in industrial wastewater can be treated by the adsorption method. One type of adsorbent can be prepared from rice husk. Rice husk as agricultural waste contains carbon and silica which can act as metal adsorbents. The purpose of this study was to synthesize and characterize silica/carbon composites, as well as test their adsorption as adsorbent on copper (II) ion adsorption by determining the optimum composition of silica/carbon, adsorption capacity, and model of isotherm adsorption. The research method consisted of gasification of rice husks, extraction of silica from rice husk charcoal with potassium carbonate as solvent, manufacture of silica/carbon composites, and adsorption tests. The results showed that the mass ratio of silica to carbon of 2:1 was the optimum composition in the synthesis of silica/carbon composites as adsorbent for the adsorption of copper (II) ion. The silica/carbon composite adsorbent in this composition had the highest adsorption capacity for copper (II) ion and surface area is 75.88 mg/g and 233.45 m²/g, respectively. The optimum adsorption time was obtained for 40 minutes and the model of adsorption isotherm in the form of Freundlich adsorption with $R^2 = 0.9582$.

INFORMASI ARTIKEL

Histori artikel:

Diterima 20 November 2021

Disetujui 4 Januari 2023

Diterbitkan 31 Januari 2023

Kata kunci:

Adsorben,

Komposit silika/karbon

Polutan tembaga

Sekam padi

ABSTRAK

Ion tembaga sebagai salah satu polutan dalam air limbah industri dapat ditangani dengan metode adsorpsi. Salah satu jenis adsorben dapat disiapkan dari sekam padi. Sekam padi sebagai limbah pertanian mengandung karbon dan silika yang dapat berperan sebagai adsorben logam. Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan sintesis dan karakterisasi komposit silika/karbon, serta uji adsorpsinya sebagai adsorben pada adsorpsi ion tembaga (II) melalui penentuan komposisi optimum dari silika/karbon, kapasitas adsorpsi, dan model adsorpsi isoterm. Metode penelitian terdiri dari gasifikasi sekam padi, ekstraksi silika dari arang sekam padi dengan pelarut kalium karbonat, pembuatan komposit silika/karbon, dan uji adsorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rasio massa silika terhadap karbon sebesar 2:1 merupakan komposisi optimum pada sintesis komposit silika/karbon sebagai adsorben untuk adsorpsi ion tembaga (II). Adsorben komposit silika/karbon pada komposisi tersebut memiliki kapasitas adsorpsi terhadap ion tembaga (II) dan luas permukaan paling tinggi yaitu berturut-turut sebesar 75,88 mg/g dan 233,45 m²/g. Waktu optimum adsorpsi diperoleh selama 40 menit dan dengan model adsorpsi isoterm berupa adsorpsi Freundlich dengan nilai $R^2 = 0,9582$.

1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran lingkungan oleh limbah industri merupakan salah satu masalah yang belum terselesaikan sampai saat ini. Buangan air limbah industri dapat mengandung berbagai jenis logam berat berbahaya, salah satunya adalah tembaga. Konsentrasi tembaga di atas ambang batas toleransi dalam aliran air limbah menyebabkan masalah kesehatan yang serius pada otak, ginjal, dan darah. Konsumsi tembaga pada dosis tinggi menyebabkan masalah toksikologi yang serius karena dapat disimpan di otak, kulit, hati, dan ginjal (Malik *et al.*, 2014). *Environmental Protection Agency* (EPA) telah menetapkan kadar maksimum tembaga yang diijinkan adalah sebesar 1,3 mg per liter air minum, untuk melindungi kesehatan manusia dari masalah saluran pencernaan jangka pendek (NAS, 2020). Beberapa metode pengolahan limbah dapat diterapkan untuk menangani air limbah seperti adsorpsi, koagulasi maupun membran filtrasi. Namun, metode adsorpsi memiliki berbagai keunggulan, yaitu: sederhana dan ekonomis (Salman *et al.*, 2016). Adsorpsi logam berat dengan karbon aktif mampu memisahkan logam berat sampai sekitar 99% (Al Moharbi *et al.*, 2020).

Karbon dan silika memiliki kapasitas adsorpsi masing-masing terhadap logam berat. Pengkompositan antar kedua bahan tersebut menunjukkan peningkatan kapasitas adsorpsi. Adsorben dalam bentuk komposit antara silika dan karbon aktif komersial mampu meningkatkan persentasi pemisahan nikel menjadi 92,1% dari sebelumnya sebesar 90,4% jika digunakan karbon aktif, dan 70,3% jika digunakan silika sebagai adsorben (Karnib *et al.*, 2014). Hasil penelitian tersebut mengindikasikan bahwa setiap jenis adsorben memiliki karakteristik permukaan spesifik yang mempengaruhi efisiensi pemisahan dan tipe adsorpsi. Karakteristik permukaan dari material berpori, salah satunya sebagai adsorben, biasanya dikarakterisasi berdasarkan beberapa karakteristik fisik, seperti luas permukaan dan volume pori. Kedua jenis karakteristik fisik tersebut berpengaruh secara langsung terhadap kinerja adsorben dalam aplikasinya (Baçaoui *et al.*, 2001). Bentuk non-linier dan linier dari model adsorpsi Freundlich ditampilkan pada Persamaan (1), sedangkan model adsorpsi Langmuir ditunjukkan pada Persamaan (2).

$$\begin{aligned} \text{Non - linier: } Q_e &= K_F C_e^{\frac{1}{n}}; \\ \text{Linier: } \log Q_e &= \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \dots\dots (1) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Non - linier: } Q_e &= \frac{Q_0 b C_e}{1 + b C_e}; \\ \text{Linier: } \frac{C_e}{Q_e} &= \frac{1}{b Q_0} + \frac{1}{Q_0} C_e \dots\dots (2) \end{aligned}$$

dengan: Q_e = kapasitas adsorpsi pada kondisi kesetimbangan (mg/g), C_e = konsentrasi adsorbat pada fase larutan (mg/L), K_F = konstanta Freundlich, $1/n$ = intensitas adsorpsi, Q_0 = kapasitas adsorpsi maksimum pada pembentukan *monolayer* adsorbat di permukaan adsorben (mg/g), b = konstanta Langmuir.A

Luas permukaan dan volume pori dari adsorben umumnya diukur dengan metode adsorpsi isotherm BET

(Brunauer-Emmett-Teller), di mana nitrogen diadsorpsi oleh adsorben uji pada variasi tekanan di suhu 77 K. Metode uji lebih sederhana dapat diterapkan. Salah satunya melalui pengkombinasian antara bilangan metilen biru dan iodine dari adsorben uji dengan pemodelan matematika sebagai fungsi dari luas permukaan dan volume pori dari adsorben uji tersebut (Nunes & Guerreiro, 2011). Kapasitas dan model adsorpsi dari adsorben merupakan karakteristik fisik penting lainnya dari adsorben. Daya dan model adsorpsi berkaitan erat dengan mekanisme interaksi dan pembentukan ikatan antara adsorben dengan adsorbat. Adsorpsi terjadi dengan dua kemungkinan pembentukan ikatan antara adsorben dan adsorbat, yaitu ikatan fisika atau kimia. Mekanisme interaksi antara adsorben dengan adsorbat pada suhu konstan saat kesetimbangan adsorpsi tercapai dideskripsikan oleh model adsorpsi isotherm. Model adsorpsi isotherm dengan dua parameter yang biasanya digunakan untuk mendeskripsikan mekanisme interaksi antara adsorben dan adsorbat adalah model isotherm Freundlich dan Langmuir (Al-Ghouthi & Da'ana, 2020).

Limbah lignoselulosa seperti limbah dari tanaman padi merupakan bahan baku potensial untuk pembuatan adsorben, khususnya pada bagian sekam padi. Pada proses penggilingan padi dihasilkan sekam sekitar 20-25% (Prasad *et al.*, 2001). Sedangkan pada sekam padi tersebut terdapat silika dan karbon berturut-turut sebanyak 66,12 dan 29,64% (An *et al.*, 2011). Silika dan karbon dari sekam padi dapat diperoleh dengan cara sederhana. Arang dan abu sekam padi dapat dihasilkan dengan metode gasifikasi dalam berbagai modifikasi proses. Haryono dkk. (2021) telah memodifikasi gasifikasi sekam padi dengan proses pemungutan panas untuk dimanfaatkan sebagai media pemanas ruangan bagi anakan ayam, produksi arang sekam padi dan asap cair.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan sintesis dan karakterisasi komposit silika/karbon, serta uji adsorpsinya sebagai adsorben pada adsorpsi ion tembaga (II) melalui penentuan komposisi optimum dari silika/karbon, kapasitas adsorpsi, dan model adsorpsi isotherm.

2. METODE

2.1 Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan alat-alat berupa peralatan gelas laboratorium, ayakan (50 mesh, Retsch), cawan platina, corong *buchner*, desikator, *shaker* dengan penangas air (Thermo Scientific™, 15 L, suhu operasi: 5 – 100 °C), pemanas plat berpengaduk magnet (Heidolph MR 3001K), tanur (Termolyne™, 5,8 L, suhu operasi: 100 – 1.200 °C), spektrometer *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR, PerkinElmer Spectrum 100), spektrofotometer UV-Visible (Genesys 10S), *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS, Shimadzu AA-7000), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectrometer* (SEM-EDS, MC1000 Ion Sputter Hitachi).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri atas arang sekam padi, tembaga (II) sulfat pentahidrat (p.a. Merck), metilen biru (p.a. Merck), kalium iodat (p.a.

Merck), asam klorida (p.a. Merck), asam sulfat (p.a. Merck), kalium karbonat (teknis), kalium iodida (p.a. Merck), natrium hidroksida (teknis), natrium tiosulfat (p.a. Merck), asam florida (teknis), amilum (teknis), dan akuades.

2.2 Metode

Karbon dan silika pada arang sekam padi dipisahkan dengan metode ekstraksi padat-cair (*leaching*) menggunakan larutan kalium karbonat. Arang sekam padi dicampurkan dengan larutan kalium karbonat pada perbandingan mol sebesar 1:3:150 (silika : kalium karbonat : air). Campuran dipanaskan sampai mendidih dan diaduk dengan pemanas plat berpengaduk magnet selama 2,5 jam. Selanjutnya campuran disaring dalam kondisi panas dengan kertas saring Whatmann no. 40 pada corong *buchner*. Residu hasil penyaringan merupakan karbon, sedangkan filtrat mengandung silika dari arang sekam padi dalam bentuk larutan. Silika dalam filtrat dipisahkan dengan pengendapan. Endapan silika dicuci dengan akuades panas, disaring, dan dibilas dengan akuades pada suhu ruang sampai pH netral. Silika kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Terhadap residu karbon dilakukan pencucian dengan akuades sampai pH netral, dan dikeringkan.

Komposit silika/karbon sebagai adsorben dipersiapkan dengan variasi rasio massa antara SiO₂ terhadap C sebesar 1:1, 1:2, dan 2:1. Pembuatan adsorben silika/karbon dimulai dengan menyiapkan larutan natrium silikat (Na₂SiO₃) 20 %-b/v dengan cara melarutkan sejumlah SiO₂ dari setiap variasi rasio massa ke dalam larutan NaOH sesuai dengan kebutuhan stoikiometrisnya menurut Persamaan (3).



Ke dalam larutan natrium silikat dimasukkan karbon sesuai dengan kebutuhan setiap variasi pembuatan komposit sambil diaduk dan dipanaskan sampai suhu 80 °C. Larutan HCl ditambahkan setetes demi setetes ke dalam campuran natrium silikat dan karbon sampai pH netral dicapai. Campuran diaduk dan dipanaskan kembali pada suhu 80 °C selama 3 jam. Campuran didinginkan disertai dengan pengadukan selama 12 jam. Selanjutnya campuran disaring dengan kertas saring pada corong *buchner*. Residu dari penyaringan yang merupakan komposit silika/karbon kemudian dicuci dengan akuades sampai pH netral dan bebas kandungan ion klorida (Nuryono & Narsito, 2005). Komposit silika/karbon dari hasil sintesis dikarakterisasi luas permukaan, volume pori total, dan volume mesopori spesifiknya dengan pendekatan menurut Nunes dan Guerreiro (2011) berdasarkan Persamaan (4), (5), dan (6). Komposit silika/karbon kemudian dikarakterisasi lanjut dengan FTIR untuk mengidentifikasi jenis-jenis gugus fungsi, dan dikarakterisasi morfologi permukaan serta komposisi unsur penyusunnya dengan SEM-EDS.

$$S = 228 - 0,101MBN + 0,3IN + (1,05MBN^2 + 2,0IN^2 + 9,38MB \cdot IN) \times 10^{-4} \dots\dots(4)$$

$$V_m = 0,056 - (10,0MBN - 1,55IN) \times 10^{-4} + (70MBN^2 + 1,0IN^2 - 1,18MBN \cdot IN) \times 10^{-7} \dots\dots(5)$$

$$V_t = 0,137 + 1,9 \times 10^{-3}MBN + 1,0 \times 10^{-4}IN \dots\dots(6)$$

Keterangan:

- S : luas permukaan spesifik (m²/g)
- MBN : methylene blue number (mg/g)
- V_m : volume mikropori spesifik (cm³/g)
- IN : iodine number (mg/g)
- V_t : volume pori total spesifik (cm³/g)

Uji adsorpsi dari komposit silika/karbon pada berbagai variasi komposisi SiO₂ dan C terhadap ion tembaga (II) dilakukan dalam dua tahap perlakuan, yaitu penentuan waktu adsorpsi optimum dan penentuan model adsorpsi isoterm. Pada tahap penentuan waktu adsorpsi optimum, 20 mL larutan sampel tembaga (II) dengan konsentrasi 100 ppm dimasukkan ke dalam tiga bejana adsorpsi. Ke dalam masing-masing bejana adsorpsi tersebut dimasukkan 50 mg komposit silika/karbon dari setiap variasi komposisi SiO₂ dan C, selanjutnya dilakukan adsorpsi di *shaker* dengan penangas air pada suhu ruang. Adsorpsi dilakukan selama variasi waktu 20, 40, 60, 80, 100, dan 120 menit. Setelah adsorpsi selesai, campuran disaring untuk memisahkan adsorben bekas sebagai residu dan larutan sampel tembaga (II) sebagai filtrat. Kadar ion tembaga (II) sisa pada filtrat diukur dengan AAS.

Pada tahap penentuan model adsorpsi isoterm dari komposit silika/karbon terhadap ion tembaga (II) dilakukan pada kondisi kesetimbangan adsorpsi (didekati sebagai waktu adsorpsi optimum) dan dengan adsorben komposit silika/karbon yang memberikan kapasitas adsorpsi terbesar pada tahap uji adsorpsi sebelumnya. Sebanyak 50 mg komposit silika/karbon digunakan sebagai adsorben terhadap 20 mL larutan sampel tembaga (II) dengan variasi konsentrasi awal sebesar 30, 50, 100, 150, dan 200 ppm. Adsorpsi dilakukan pada suhu ruang selama waktu adsorpsi optimum. Konsentrasi ion tembaga (II) sisa setelah adsorpsi pada filtrat kemudian dianalisis dengan AAS. Konsentrasi ion tembaga (II) sisa dari setiap variasi konsentrasi awal tersebut kemudian digunakan untuk menghitung kapasitas adsorpsi isotermnya masing-masing dengan Persamaan (7). Pasangan nilai C_e dan Q_e dialurkan pada koordinat x-y (koordinat kartesian) berdasarkan ekspresi persamaan adsorpsi isoterm dalam bentuk linier seperti yang ditampilkan pada Persamaan (1) dan (2). Model adsorpsi isoterm dari adsorpsi komposit silika/karbon terhadap ion tembaga (II) ditentukan secara grafis berdasarkan nilai koefisien korelasi (R²) dari kurva hasil linierisasi

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{M_{Ads}} \dots\dots(7)$$

Keterangan

- Q_e : kapasitas adsorpsi dari adsorben (mg/g)
- C₀, C_e : konsentrasi tembaga dalam larutan pada awal dan akhir adsorpsi (mg/L)
- V : volume larutan (L)
- M_{Ads} : massa komposit silika/karbon sebagai adsorben (g)

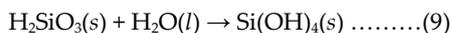
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Penyiapan Silika dan Karbon dari Arang Sekam Padi

Silika dan karbon sebagai bahan dasar pada pembentukan komposit silika/karbon sebagai adsorben disiapkan dari arang sekam padi dengan metode ekstraksi padat-cair (*leaching*) menggunakan larutan kalium karbonat. Kalium karbonat dipilih sebagai pelarut dengan pertimbangan, larutan tersebut dapat bersifat ramah lingkungan dan ekonomis karena dapat dipungut kembali untuk kemudian dapat digunakan pada tahap penyiapan silika-karbon berikutnya (Solihudin *et al.*, 2018). Sebelum dilakukan ekstraksi, pengotor oksida logam pada arang sekam padi dipisahkan dengan pelarutan menggunakan larutan asam klorida. Pengotor oksida logam akan terpisah dari arang sekam padi dalam bentuk larutan garam-garam khloridanya. Oleh karena itu, arang sekam padi sebagai bahan baku pada penyiapan silika dan karbon dapat diasumsikan hanya tersusun dari silika dan karbon. Pada tahap penyiapan silika dan karbon dari sekam padi ini diperoleh silika sebanyak 42,6%, sedangkan sisanya adalah karbon. Kadar silika dan karbon dari ekstraksi terhadap arang sekam padi tersebut menjadi dasar dalam perhitungan pada tahap sintesis komposit silika/karbon.

3.2 Penyiapan Silika dan Karbon dari Arang Sekam Padi

Komposit silika/karbon disintesis dengan memvariasikan rasio massa antara SiO₂ terhadap C sebesar 1:1, 1:2, dan 2:1. Pengubahan komposisi silika/karbon tersebut dilakukan untuk dipelajari pengaruhnya terhadap karakteristik dan kinerja dari komposit yang terbentuk sebagai adsorben. Sintesis komposit silika/karbon diawali dengan pembentukan natrium silikat melalui pereaksian antara silika dari tahap ekstraksi arang sekam padi, dengan larutan natrium hidroksida menurut Persamaan (3). Pengkompositan antara SiO₂ (dari bahan antara berupa natrium silikat) dan C melibatkan bantuan asam khlorida. Penambahan asam khlorida sampai pH 7 pada larutan natrium silikat menyebabkan pembentukan asam silikat, kemudian diikuti pembentukan sol asam atau Si(OH)₄ menurut Persamaan (8) dan (9).



Karbon akan menempel pada struktur sol Si(OH)₄ secara relatif kuat ketika struktur sol tersebut diubah menjadi gel yang bersifat sementara dengan penambahan akuades, dan diikuti dengan pengadukan secara perlahan pada suhu ruang selama 12 jam. Penampilan fisik dari komposit silika/karbon yang disintesis dari ketiga variasi komposisi SiO₂ dan C ditampilkan pada Gambar 1.

Karakterisasi terhadap komposit silika/karbon sebagai adsorben, pada karakterisasi awal, dilakukan untuk mengetahui pengaruh komposisi silika dan karbon terhadap luas permukaan, volume mikropori, dan volume total pori spesifik dari setiap komposit. Hasil karakterisasi ditampilkan pada Tabel 1. Berdasarkan hasil penelitian pada Tabel 1

diperoleh korelasi bahwa peningkatan jumlah (massa) silika pada sintesis komposit silika/karbon berdampak terhadap peningkatan luas permukaan dan volume mikropori spesifik dari komposit yang dihasilkan. Dan sebaliknya, komposit yang disintesis dengan memperbanyak jumlah karbon menghasilkan komposit dengan luas permukaan dan volume mikropori semakin rendah, namun menyebabkan peningkatan terhadap volume total pori spesifiknya. Hal tersebut menunjukkan bahwa secara karakteristik individu, silika memiliki luas permukaan spesifik lebih besar dibandingkan daripada karbon, dan didominasi oleh mikropori berukuran kecil (*ultramicropore*). Sedangkan struktur karbon didominasi oleh pori-pori dalam kelompok mesopori. Pernyataan tersebut terkonfirmasi dari nilai bilangan metilen biru dan iodine dari hasil karakterisasi. Bilangan metilen biru dan iodine menunjukkan miligram metilen biru dan iodine yang teradsorpsi pada permukaan tiap gram adsorben uji (Nunes & Guerreiro, 2011). Molekul metilen biru dan iodine memiliki luas permukaan berturut-turut sebesar 2,08 dan 0,40 nm² (Alaya *et al.*, 2000). Oleh karena itu molekul metilen biru hanya dapat memasuki pori-pori adsorben dalam kelompok mesopori dan mikropori berukuran besar atau *supermicropore*, sedangkan molekul iodine mampu masuk ke mikropori berukuran lebih kecil (Baçaoui *et al.*, 2001).



Gambar 1. Penampilan fisik dari komposit silika/karbon dari ketiga variasi komposisi silika dan karbon

Tabel 1. Luas permukaan, volume mikropori, dan volume total pori spesifik dari komposit silika/karbon pada variasi rasio massa silika terhadap karbon

Rasio massa silika/karbon	MBN (mg/g)	IN (mg/g)	S (m ² /g)	V _m /10 ⁻² (cm ³ /g)	V _t /10 ⁻² (cm ³ /g)
1:1	33,97	23,78	231,97	3,36	20,39
1:2	43,75	8,45	226,37	2,69	22,10
2:1	35,13	28,89	233,45	3,38	20,66

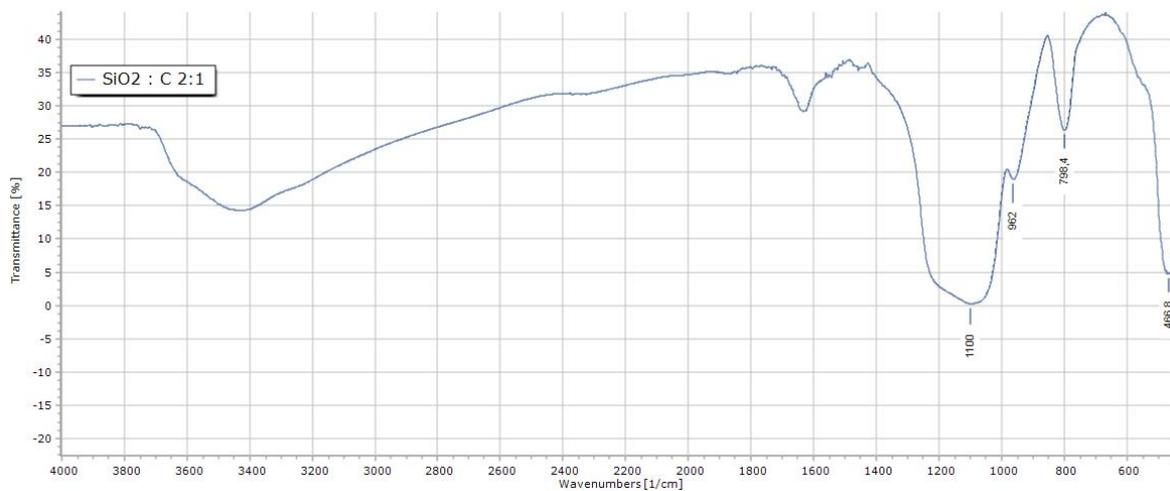
Keterangan: MBN = Methylene Blue Number, IN = Iodine Number, S = Luas permukaan spesifik, V_m = Volume mikropori spesifik, V_t = Volume pori total spesifik.

Bilangan metilen biru pada komposit dengan komposisi karbon paling banyak, sesuai data pada Tabel 1, menunjukkan nilai paling tinggi. Dengan demikian, nilai bilangan metilen biru dari komposit tersebut lebih dominan merupakan kontribusi dari karakteristik kemampuan karbon dalam mengadsorpsi molekul metilen biru. Oleh karena itu komposit silika/karbon dengan rasio massa SiO₂ terhadap C sebesar 1:2 memiliki ukuran volume mikropori spesifik paling kecil dan volume total pori paling besar. Hasil sebaliknya dijumpai ketika jumlah silika diperbanyak.

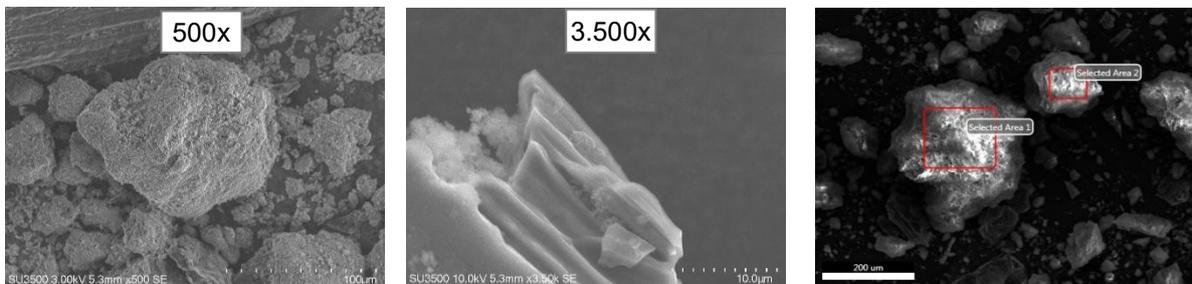
Komposit SiO₂/karbon dengan jumlah silika lebih banyak daripada karbon memiliki nilai bilangan iodin jauh lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa struktur silika didominasi oleh pori-pori dalam kelompok mikropori. Struktur padatan dengan fraksi mikropori atau diameter pori kecil yang lebih banyak umumnya akan berdampak terhadap semakin luasnya permukaan spesifik dari padatan tersebut (Kumas & Zaym, 2016). Dengan pertimbangan bahwa kapasitas adsorpsi dari adsorben salah satunya ditentukan oleh luas permukaan spesifik, maka ditetapkan komposit silika/karbon pada rasio massa SiO₂ terhadap C sebesar 2:1 merupakan komposit terbaik.

Pada tahap karakterisasi berikutnya, komposit silika/karbon pada rasio massa SiO₂ dan C sebesar 2:1 dilakukan karakterisasi gugus fungsi, morfologi, dan

komposisi unsur penyusunnya. Hasil karakterisasi ketiga parameter dari komposit silika/karbon (2:1) tersebut ditampilkan pada Gambar 2 dan Gambar 3. Gambar 2 menunjukkan bahwa pada komposit silika/karbon (2:1) terdapat beberapa jenis gugus fungsi. Pita serapan pada bilangan gelombang 1.630,9 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH. Pada bilangan gelombang 1.100 cm⁻¹ dengan serapan kuat diduga sebagai vibrasi ulur asimetri Si-O-Si. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 962,3 dan 468,3 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur Si-O dan vibrasi tekuk Si-O dari Si-OH (Adam *et al.*, 2011). Vibrasi ulur gugus fungsi O-H dari Si-OH teridentifikasi pada bilangan gelombang 3.443,8 cm⁻¹, sedangkan serapan pada bilangan gelombang 798,5 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur simetris gugus fungsi Si-O dari Si-O-Si (Hossain *et al.*, 2017).



Gambar 2. Identifikasi gugus fungsi dengan FTIR dari komposit silika/karbon rasio massa (2:1)



Gambar 3. Hasil karakterisasi morfologi permukaan (atas) dan komposisi unsur (bawah) dari komposit silika/karbon rasio massa (2:1) dengan SEM-EDS

Berdasarkan karakterisasi SEM (Gambar 3) pada perbesaran 500x dan 3.500x, partikel komposit silika/karbon (2:1) membentuk aglomerasi dengan ukuran partikel tidak seragam. Morfologi komposit silika/karbon memiliki pori-pori berukuran kecil yang tersebar di permukaan. Silika menempel pada lapisan luar karbon sehingga karbon terlapi oleh silika. Hal ini ditandai dengan adanya partikel berwarna putih yang diduga merupakan silika di bagian luar dan partikel berwarna hitam merupakan karbon di bagian dalam. Pada dua area terseleksi pada komposit silika/karbon (2:1), berdasarkan karakterisasi dengan EDS, teridentifikasi unsur-unsur penyusun dari komposit. Komposisi massa unsur pada komposit ditampilkan pada Tabel 2. Silika dan karbon tidak terdistribusi secara merata sehingga komposisi massa unsur tidak sama di kedua area yang terseleksi.

Namun demikian, di kedua area terseleksi pada komposit silika/karbon (2:1) tersebut menunjukkan kesamaan kecenderungan di mana persentase silika lebih banyak dibandingkan karbon, sehingga keseragaman kinerja di kedua area terseleksi dari komposit tersebut sebagai adsorben masih relatif sama.

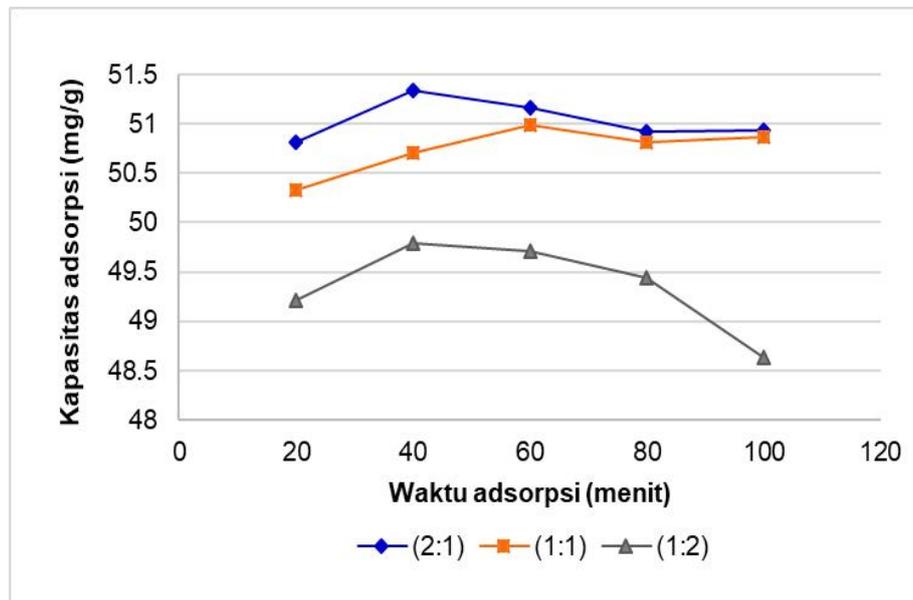
Tabel 2. Komposisi massa unsur di dua area terseleksi pada komposit Silika/karbon (2:1)

Unsur	Area 1 (%)	Area 2 (%)
C	19,29	18,07
O	43,26	45,71
Si	36,86	35,79
Cl	0,58	0,42

3.3 Penentuan Komposisi dan Waktu Optimum Adsorpsi dari Komposit

Komposit silika/karbon dengan komposisi penyusun berbeda memiliki karakteristik permukaan yang berbeda, di antaranya luas permukaan, volume mikropori, dan volume total porinya, sebagaimana hasil penelitian pada Tabel 1. Perbedaan karakteristik tersebut menyebabkan perbedaan terhadap kinerja adsorpsinya. Optimasi waktu bertujuan

untuk menentukan waktu optimum yang dibutuhkan oleh komposit silika/karbon untuk dapat menyerap ion tembaga (II) hingga batas maksimum. Ketika waktu adsorpsi optimum tercapai, adsorpsi dapat dinyatakan telah berada dalam kondisi kesetimbangan. Hubungan antara waktu dengan kapasitas adsorpsi dari setiap variasi komposisi penyusun komposit silika/karbon ditampilkan pada Gambar 4.

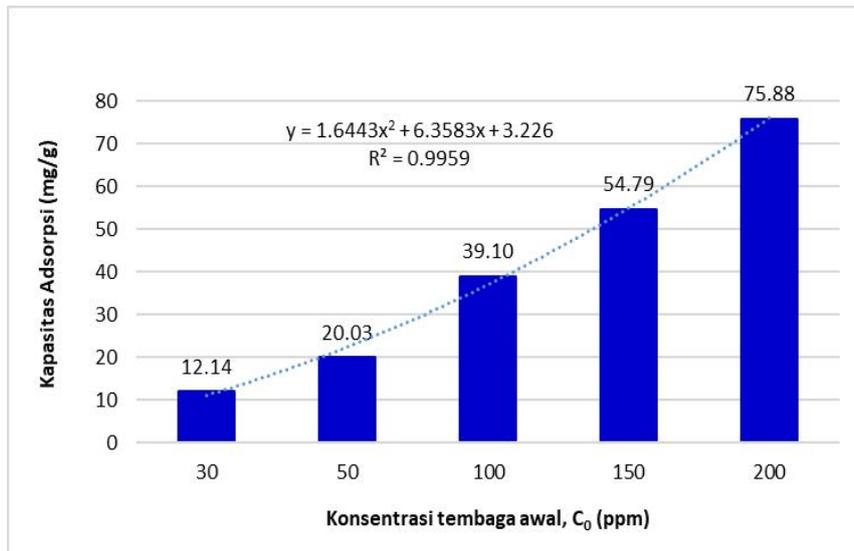


Gambar 4. Hubungan antara waktu adsorpsi dengan kapasitas adsorpsi tembaga dari setiap variasi komposisi pada komposit silika/karbon

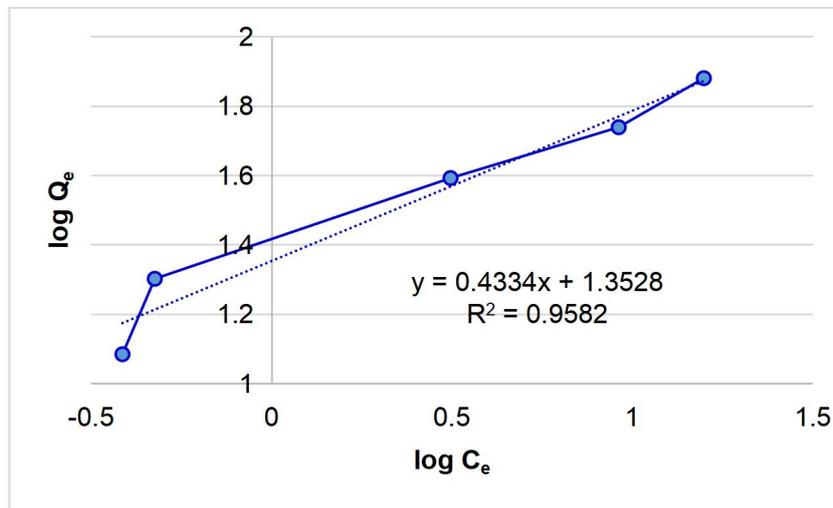
Berdasarkan Gambar 4, kapasitas adsorpsi dari setiap komposit silika/karbon cenderung mengalami peningkatan seiring dengan semakin lamanya waktu adsorpsi, kemudian pada waktu tertentu kapasitas adsorpsinya mengalami penurunan atau kekonstanan. Komposit silika/karbon dengan rasio massa silika terhadap karbon (2:1) memiliki kapasitas adsorpsi terhadap ion tembaga (II) tertinggi dibanding rasio massa lainnya, yakni mencapai 51,35 mg/g dengan waktu adsorpsi selama 40 menit. Kapasitas adsorpsi tersebut mengandung pengertian bahwa setiap 1 g komposit silika/karbon (2:1) mampu mengadsorpsi 51,35 ion tembaga (II) dalam waktu 40 menit. Kapasitas adsorpsi setelah 40 menit waktu kontak antara adsorben dengan adsorbat cenderung mengalami penurunan. Kapasitas adsorpsi sebagai parameter efisiensi adsorpsi berbanding lurus dengan waktu sampai titik tertentu, kemudian menurun setelah melewati titik tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa permukaan adsorben telah mengalami kejenuhan oleh adsorbat sampai akhirnya terjadi pelepasan kembali atau desorpsi (Raghuvanshi *et al.*, 2004).

3.4 Penentuan Model Adsorpsi Isoterm

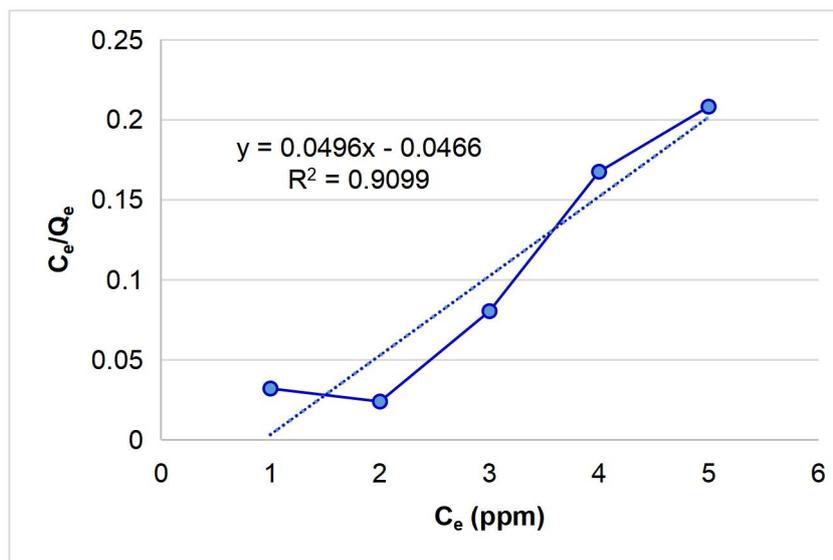
Adsorpsi isoterm dapat digunakan untuk menjelaskan hubungan antar jumlah materi teradsorpsi (adsorbat) sebagai fungsi konsentrasi pada kondisi kesetimbangan. Model adsorpsi isoterm dapat digunakan untuk menjelaskan jenis dan mekanisme interaksi antara adsorben dengan adsorbat. Adsorpsi fase padat-cair pada umumnya mengikuti model adsorpsi isoterm Freundlich dan Langmuir (Atkins *et al.*, 2018). Pada penentuan model adsorpsi isoterm, adsorpsi dilakukan pada kondisi optimum yaitu rasio massa komposit silika/karbon (2:1) dan waktu adsorpsi 40 menit. Konsentrasi larutan tembaga (II) awal divariasikan pada konsentrasi 30, 50, 100, 150, dan 200 ppm. Kapasitas adsorpsi dari komposit silika/karbon (2:1) terhadap ion tembaga (II) pada berbagai variasi konsentrasi awal tersebut ditampilkan pada Gambar 5 dengan hubungan antara keduanya cenderung berupa polinomial pangkat dua atau kuadratik. Hasil pengaluran data adsorpsi berdasarkan ekspresi persamaan linier dari model adsorpsi isoterm Freundlich dan Langmuir ditunjukkan pada Gambar 6 dan Gambar 7.



Gambar 5. Nilai kapasitas adsorpsi dari komposit silika/karbon rasio massa (2:1) pada berbagai variasi konsentrasi awal ion tembaga (II) di waktu optimum (40 menit)



Gambar 6. Pengaluran data adsorpsi berdasarkan pendekatan persamaan linier dari model adsorpsi isotherm Freundlich



Gambar 7. Pengaluran data adsorpsi berdasarkan pendekatan persamaan linier dari model adsorpsi isotherm Langmuir

Penentuan model adsorpsi isoterm dilakukan secara grafis dengan mengacu pada nilai koefisien korelasi (R^2) dari hasil regresi linier data-data percobaan yang dialurkan sesuai dengan parameter variabel bebas dan terikat dari masing-masing model persamaan adsorpsi isotermnya (Freundlich dan Langmuir). Hasil regresi linier dan perhitungan penentuan parameter spesifik dari setiap model adsorpsi isoterm yang digunakan sebagai pendekatan ditampilkan pada Tabel 3. Hasil penelitian pada Tabel 3 menunjukkan bahwa adsorpsi ion tembaga (II) oleh komposit silika/karbon lebih sesuai dengan model adsorpsi isoterm Freundlich dibandingkan dengan isoterm Langmuir. Adsorpsi ion tembaga (II) oleh komposit silika/karbon yang sesuai dengan model adsorpsi isoterm Freundlich mengindikasikan bahwa adsorpsi fase padat-cair

berlangsung dengan mekanisme adsorpsi fisik multilayer. Pada adsorpsi secara fisik, ikatan antar adsorbat maupun ikatan antar adsorbat dengan adsorben bersifat lemah karena hanya melibatkan interaksi van der Waals (Al-Ghouti & Da'ana, 2020; Wang & Guo, 2020). Pada model adsorpsi isoterm Freundlich sebagaimana ditampilkan pada Persamaan (1), kemampuan relatif dari suatu adsorben dalam mengadsorpsi adsorbat ditunjukkan dari nilai K_F , semakin besar nilai K_F maka semakin besar kemampuan suatu adsorben dalam mengadsorpsi. Sedangkan kekuatan interaksi antara adsorben dan adsorbat direpresentasikan oleh parameter $1/n$, dimana semakin kecil nilai $1/n$ maka semakin kuat interaksi antara adsorben dengan adsorbat (Site, 2001).

Tabel 3. Hasil pengaluran data adsorpsi pada persamaan adsorpsi isoterm terlinierisasi

Model adsorpsi	Linerisasi	Persamaan regresi	R^2	Parameter adsorpsi
Langmuir	$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{b Q_m} + \frac{1}{Q_m} C_e$	$y = 0,0496x - 0,0466$	0,9099	$Q_m = 20,161$ $b = 1,064$
Freundlich	$\log Q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e$	$y = 0,433x + 1,3528$	0,9582	$n = 2,309$ $K_L = 22,531$

Keterangan: Q_e dan C_e = kapasitas adsorpsi (mg/g) dan konsentrasi adsorbat di fase larutan (mg/L) pada kondisi kesetimbangan, K_F = konstanta Freundlich, $1/n$ = intensitas adsorpsi, Q_0 = kapasitas adsorpsi maksimum pada pembentukan *monolayer* adsorbat di permukaan adsorben (mg/g), b = konstanta Langmuir.

4. KESIMPULAN

Komposit silika/karbon berhasil disintesis dari limbah sekam padi. Perbedaan komposisi (rasio massa) silika dan karbon dari arang sekam padi pada sintesis komposit silika/karbon berpengaruh terhadap karakteristik permukaan (luas permukaan, volume mikropori, dan volume total pori) dan kapasitas adsorpsi dari komposit tersebut. Komposit silika/karbon dari rasio massa silika terhadap karbon sebesar 2:1 memiliki karakteristik permukaan (bilangan iodine, luas permukaan, volume makropori, dan volume total pori spesifik) paling baik dan kapasitas adsorpsi terhadap ion tembaga (II) paling besar. Pengujian model adsorpsi ion tembaga (II) oleh komposit silika/karbon (2:1) menunjukkan kesesuaian dengan model adsorpsi isoterm Freundlich. Oleh karena itu peristiwa adsorpsi berlangsung sebagai adsorpsi fisik *multilayer*.

DAFTAR PUSTAKA

Adam, F., Chew, T.S., & Andas, J. (2011). A simple template-free sol-gel synthesis of spherical nanosilica from agricultural biomass. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 59(3), 580-583.

Al Moharbi, S.S. Devi, M.G., Sangeetha, B.M., & Jahan, S. (2020). Studies on the Removal of Copper Ions from Industrial Effluent by Azadirachta indica Powder. *Applied Water Science*, 10(23), 1-10.

Alaya, M.N., Hourieh, M.A., Youssef, A.M., & El-Sejarah, F. (2000). Adsorption properties of activated carbons prepared from olive stones by chemical and physical

activation. *Adsorption Science & Technology*, 18(1), 27-42.

Al-Ghouti, M.A. & Da'ana, D.A. (2020). Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models: a review. *Journal of Hazardous Materials*, 393, 1-22.

An, D., Guo, Y., Zou, B., Zhu, Y., & Wang, Z. (2011). A Study on the consecutive preparation of silica powders and active carbon from rice husk ash. *Biomass and Bioenergy*, 35(3), 1227-1234.

Atkins, P., de Paula, J., & Keeler, J. (2018). *Physical Chemistry* eleventh edn. Oxford University Press, Oxford, United Kingdom.

Baçaooui, A., Yaacoubi, A., Dahbi, A., Bennouna, C., Luu, R. P. T., Maldonado-Hodar, F. J., Rivera-Utrilla, J., & Moreno-Castilla, C. (2001). Optimization of conditions for the preparation of activated carbons from olive-waste cakes. *Carbon*, 39, 425-432.

Haryono, Solihudin, Rustaman, & Ernawati, E.E. (2021). Pemanfaatan panas gasifikasi sekam padi sebagai media pemanas ruangan anakan ayam di Desa Pasawahan Garut. *ETHOS*, 9(1), 143-150.

Hossain, S. K. S., Mathur, L., Singh, P., & Majhi, M.R. (2017). Preparation of forsterite refractory using highly abundant amorphous rice husk silica for thermal insulation. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 5(2), 82-87.

Karnib, M., Kabbani, A., & Holail, H.M. (2014). Heavy metal removal using activated carbon, silica and silica

- activated carbon composite. *Energy Procedia*, 50, 113-120.
- Kumas, C. & Zaym, Z.E. (2016). Activated carbon production from hazelnut shells using phosphoric acid and boron. 16th International Symposium on Environmental Issues and Waste Management in Energy and Mineral Production. Istanbul, Turkey 5-7 October 2016, 1-10.
- Malik, R., Lata, S., & Singhal, S. (2014). Neem Leaf Utilization for Copper and Zinc Ions Removal from Aqueous Solution. *International Journal of Science and Research*, 3(5), 695-705.
- NAS, The National Academies of Sciences Engineering Medicine. (2020). Allowable Levels of Copper in Drinking Water Should Not Be Increased Until Studies Are Done. Washington, USA. Tersedia di: <https://www.nationalacademies.org/news/2000/03/all-owable-levels-of-copper-in-drinking-water-should-not-be-increased-until-studies-are-done#:~:text=EPA%20has%20set%20a%20goal,copper%20levels%20below%20this%20goal> [diakses pada tanggal 28 Oktober 2021]
- Nunes, C. A. & Guerreiro, M. C. (2011). Estimation of surface area and pore volume of activated carbon by methylene blue and iodine numbers. *Quimica Nova*, 34(3), 472-476.
- Nuryono & Narsito. (2005). Effect of acid concentration on characters of silica gel synthesized from sodium silicate. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(1), 23-30.
- Prasad, C.S., Maiti, K.N., & Venugopal, R. (2001). Effect of rice husk ash in whiteware compositions. *Ceramics International*, 27(6), 629-635.
- Raghuvanshi, S.P., Singh, R., & Kaushik, C.P. (2004). Kinetic study of methylene blue dye bioadsorption on baggase. *Applied Ecology and Environmental Research*, 2(2), 35-43.
- Salman, T., Temel, F.A., Turan, N.G., & Ardali, Y. (2016) Adsorption of lead (II) ions onto diatomite from aqueous solutions: Mechanism, isotherm and kinetic studies. *Global Nest Journal*, 18(1), 1-10.
- Site, A.D. (2001). Factors affecting sorption of organic compounds in natural sorbent/water system and sorption coefficients for selected pollutants. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 30(1), 187-439.
- Solihudin, Rustaman, & Haryono (2018). Simple method an environmentally friendly ash content removal process from rice husk char using potassium carbonate solution. *Research Journal of Chemistry and Environment*, 22(Special Issue II), 285-288.
- Wang, J. & Guo, X. (2020). Adsorption isotherm models: Classification, physical meaning, application and solving method. *Chemosphere*, 258, 127279.