

SYNTHESIS OF MESOPOROUS METHYL-SILICA HYBRID FOR ADSORPTION OF ALIZARIN RED-S

Sintesis Hibrida Metil Silika Mesopori untuk Adsorpsi Zat Warna Alizarin Red-S

Bambang Rusdiarso*, Eko Sri Kunarti, and Saprini Hamdiani

Laboratorium of Inorganic Chemistry, Department of Chemistry,
Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara Bls 21, Yogyakarta, Indonesia 55281.

Received 13 Februari 2008; Accepted 11 Maret 2008

ABSTRACT

Mesoporous methyl-silica hybrid has been synthesized through sol-gel process, by using tetraethylorthosilicate and methyltriethoxysilane as precursors and tartaric acid as a template. The adsorbent was applied to study the adsorption of alizarin red-S. The preparation of methyl-silica hybrid was carried out at various mol ratios of precursors and tartaric acid concentration. The methyl-silica hybrid result was characterized by infrared spectroscopy, X-ray diffraction, and surface area analyzer. Adsorption experiment was conducted to study the effect of pH and Alizarin Red-S concentration on the adsorption capacity of the adsorbent. The adsorbed Alizarin Red-S was calculated from different of Alizarin Red-S concentration before and after adsorption based on the analysis with UV-Vis method. Characterization with Infrared Spectroscopy showed that methyl-silica hybrid has been successfully synthesized as indicated by appearance of characteristic functional group vibrations i.e Si-C, silanol (Si-OH) and siloksan (Si-O-Si). The X-ray diffraction data showed amorphous structure of methyl-silica Hybrid. The Surface Area Analyzer analysis data showed that the pore diameter and surface area of methyl-silica hybrid tended to increase as the template concentration increases. Adsorption study of methyl-silica hybrid showed that the adsorption decreased as the pH was increased. The optimum adsorption was obtained at pH=2.0 with the concentration of Alizarin Red-S of 70 mg/L.

Keywords: sol-gel, tartaric acid template, mesoporous, adsorption.

PENDAHULUAN

Pencemaran zat warna merupakan problem serius di negara-negara pengeksport tekstil, termasuk Indonesia. Sekitar 15% total produksi zat warna dunia, dibuang ke lingkungan oleh industri tekstil [1]. Untuk mengatasi pencemaran zat warna tersebut, metode kimia yang populer digunakan adalah koagulasi, adsorpsi dan biodegradasi. Dari ketiga metode tersebut, yang paling efektif dan tidak rumit adalah metode adsorpsi dan adsorben yang sering digunakan adalah karbon aktif, silika gel dan zeolit [2-4].

Penggunaan silika gel sebagai adsorben tidak seintensif karbon aktif atau zeolit, tetapi silika gel dapat dimodifikasi untuk meningkatkan kemampuan adsorpsinya [5-6]. Modifikasi silika gel dapat dilakukan dengan cara immobilisasi gugus fungsi organik pada strukturnya menghasilkan hibrida silika atau dimodifikasi ukuran pori dan luas permukaannya dengan menambahkan *template* selama proses sintesis sebagai *pore performing agent* atau cetakan pembentuk pori dengan proses sol-gel [6-10]. Metode *template* dalam sintesis partikel mesopori telah banyak digunakan, misalnya senyawa dodesilamin [11], dan setil trimetil amonium bromida [12].

Hibrida metil silika hasil sintesis diaplikasikan untuk mempelajari adsorpsi zat warna Alizarin Red-S. Zat

warna tersebut dipilih sebagai model dalam penelitian karena merupakan salah satu zat warna organik yang bersifat *biodegradable*. Alizarin Red-S sering disebut natrium alizarin sulfonat, dengan rumus molekul $C_{14}H_7O_7SNa$, yang merupakan golongan antraquinonik [13] dan banyak digunakan dalam industri tekstil.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini : metil trietoksisilan (MTES), tetraetilortosilikat (TEOS), natrium hidroksida, asam klorida, etanol, asam tartrat, natrium asetat, K_2HPO_4 , kertas indikator universal dan kertas saring Whatman 42. Sebagian besar bahan kimia yang digunakan berkualitas analitik dari Merck, kecuali MTES dan TEOS (Aldrich).

Alat

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini dapat dikelompokkan menjadi dua bagian yaitu peralatan analisis : Spektrofotometer Inframerah (model FTIR 8201 PC Shimadzu), Difraktometer Sinar-X, Perkin Elmer 3110 (Shimadzu XRD 6000), Gas Sorption Analysis (model NOVA 1000 Ver.2.00),

* Corresponding author. Tel/Fax : +62-274-545188
Email address : brusdi@ugm.ac.id

Spektrofotometer UV-Vis (Genesys 20) dan peralatan pendukung : ayakan 200 mesh (Fischer), oven (Fischer Scientific), sentrifuge (Centrif Model 228), timbangan analitik (Mestler AE 160), pompa vakum Buchi Vac RV-300, alat penggerus, desikator, alat-alat gelas, pengaduk magnet dan kuvet.

Prosedur Kerja

Sintesis Silika Gel dan Hibrida Metil Silika

Silika gel (SG) disintesis dengan mencampurkan TEOS, H₂O, etanol, HCl dengan perbandingan mol TEOS : H₂O : etanol : HCl = 1 : 4 : 3 : 0,01, sehingga pH larutan ~ 2 [10]. Larutan diaduk selama 3 jam hingga homogen, didiamkan sampai terbentuk gel, dan dikeringkan dalam oven. Setelah kering silika gel digerus dan diayak 200 mesh.

Hibrida metil silika (HMS) disintesis dengan cara seperti pada sintesis silika gel, tetapi prekursor TEOS ditambah dengan MTES dengan memvariasikan komposisi TEOS dan MTES. Pada setiap variasi ditambahkan H₂O, etanol dan HCl 0,2 M sampai pH larutan ~2. Campuran diaduk hingga homogen, didiamkan sampai terbentuk gel dan dikeringkan dalam oven. Gel kering yang dihasilkan merupakan hibrida metil silika.

Sintesis Hibrida Metil Silika Mesopori

Kedalam campuran 7 mL TEOS, 2,7 ml MTES, H₂O, etanol, ditambah HCl 0,2 M sehingga pH larutan ~2, kemudian campuran diaduk sampai homogen. Larutan ditambah *template* asam tartrat dengan variasi konsentrasi. Larutan diaduk 1 jam, didiamkan sampai terbentuk gel dan dikeringkan. Setelah kering kristal HMS digerus dan diayak 200 mesh.

Adsorpsi zat warna Alizarin Red-S

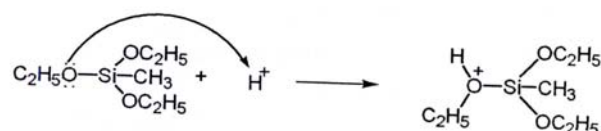
Untuk mengetahui pengaruh pH, 10 g hibrida metil silika tanpa atau dengan *template*, ditambah 50 mL Alizarin Red-S (ARS) 50 mg/L. Larutan divariasikan pH nya dengan penambahan HCl dengan buffer asetat atau NaOH dengan buffer fosfat. Larutan diaduk selama 1 jam, kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm selama 15 menit untuk memisahkan supernatant dan adsorben. Masing masing supernatant dianalisis dengan spektrofotometer UV-Visible. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi zat warna Alizarin Red-S, 10 g hibrida metil silika tanpa atau dengan *template*, ditambahkan kepada larutan ARS dengan konsentrasi yang bervariasi, pH larutan dibuat tetap = 2.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis silika gel dan hibrida metil silika dilakukan melalui proses sol-gel, yaitu meliputi transisi sistem dari fasa larutan sol menjadi fasa padat gel yang berlangsung pada temperature kamar. Dalam sintesis,

digunakan prekursor awal silikon alkoksida tetraetilortosilikat, sehingga diperlukan konversi dari gugus Si-OR menjadi Si-OH melalui proses hidrolisis. Konsekuensinya, transisi sol-gel dimulai pada sistem larutan silikat melalui perubahan pH dengan penambahan air pada sistem silikon alkoksida tersebut. Keberhasilan sintesis sangat bergantung pada kesempurnaan reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi, tetapi kedua reaksi tersebut membutuhkan waktu yang lama, sehingga perlu ditambah katalis asam klorida.

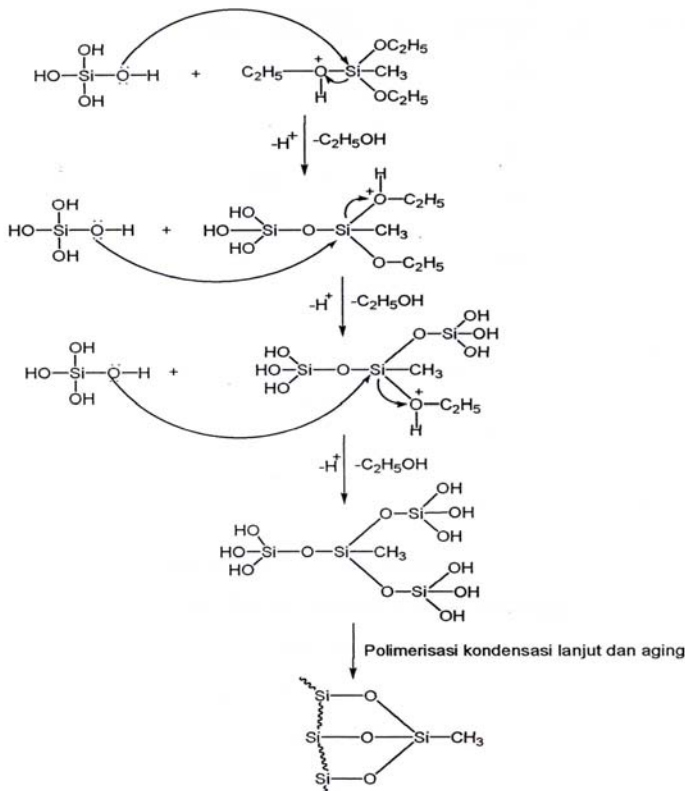
Untuk memodifikasi silika gel menjadi hibrida metil silika dilakukan penambahan senyawa organik aktif organosilan yaitu metiltrietoksisilan. Adanya gugus metil (-CH₃) akan menambah sifat hidrofobisitas dari adsorben HMS sehingga interaksinya dengan polutan-polutan organik yang tidak terlalu polar akan lebih baik. Dalam suasana asam (pH ~ 2) proses reaksi diawali dengan protonasi atom O dari gugus etoksi senyawa MTES oleh ion H⁺ dari katalis asam klorida, menurut persamaan reaksi :



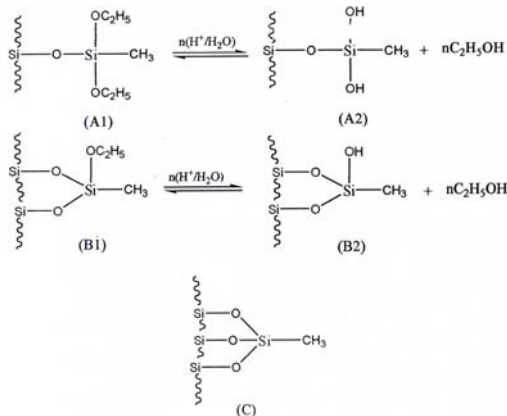
Protonasi atom O dari MTES oleh katalis asam akan menyebabkan kerapatan elektron disekitar atom Si senyawa MTES berkurang, sehingga akan mudah diserang oleh pasangan elektron bebas dari gugus silanol (-OH) hasil hidrolisis. Reaksi terjadi melalui mekanisme S_N2 terhadap atom Si senyawa MTES yang diikuti pelepasan etanol. Kemudian pada poses kondensasi, terbentuk ikatan siloksan (Si-O-Si) dengan pelepasan H⁺ dan etanol, dengan mekanisme reaksi seperti pada Gambar 1.

Reaksi alkoholisis pada pembentukan hibrida metil silika tidak selalu berlanjut sampai ketiga gugus etoksi (-OC₂H₅) dari MTES tersubstitusi oleh gugus silanol (Si-OH). Reaksi dapat terhenti hanya pada substitusi satu atau dua gugus etoksi oleh gugus silanol. Setelah terbentuk gel, dilanjutkan proses *aging* dan pengeringan, sehingga akan terbentuk berbagai kemungkinan variasi permukaan hibrida metil silika, seperti pada Gambar 2.

Dari Gambar 2, terlihat bahwa hibrida (A1) maupun (B1) masih dapat mengalami reaksi hidrolisis menghasilkan hibrida (A2) atau (B2). Pada hibrida (A2), transisi sol-gel yang terjadi melibatkan kondensasi satu gugus silanol (Si-OH) dan gugus etoksi (-OC₂H₅) menghasilkan dua gugus silanol dan satu gugus metil sehingga menambah jumlah situs aktif bila dibandingkan dengan silika gel tanpa modifikasi. Pada hibrida (B2), transisi sol-gel tidak mempengaruhi jumlah yang ada, tetapi hanya memvariasi jenis situs aktif, dimana gugus silanol (Si-OH) tertukar gugus metil (-CH₃). Pada hibrida (C), transisi sol-gel

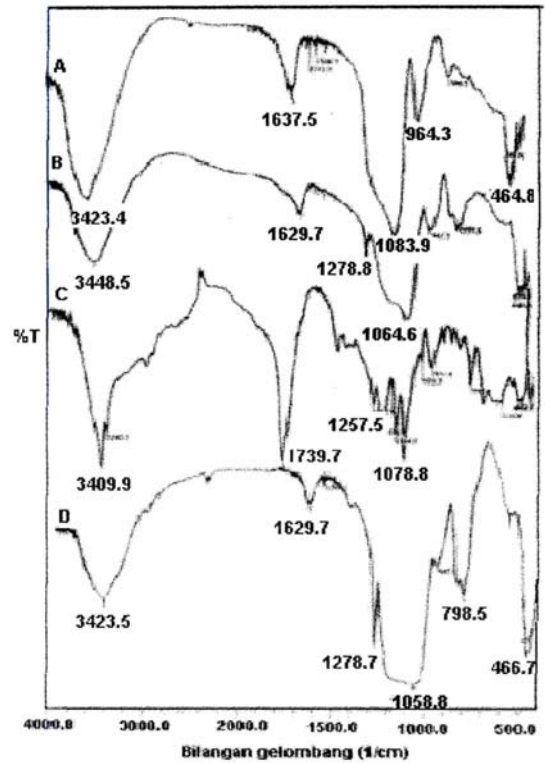


Gambar 1. Mekanisme reaksi pembentukan HMS dari prekursor TEOS dan MTES.



Gambar 2. Kemungkinan variasi permukaan HMS.

melibatkan pertukaran tiga gugus silanol menjadi satu gugus metil. Adanya variasi permukaan pada produk hibrida metil silika dapat menyebabkan distribusi jumlah dan jenis situs aktif pada adsorben tidak homogen [14-15]. Asam tartrat sebagai cetakan pembentuk pori (*template*), tidak akan berada secara permanen didalam struktur HMS, karena dapat dihilangkan dengan ekstraksi pelarut menggunakan pelarut air. Hal ini terjadi karena adanya pemutusan ikatan Si-O yang terbentuk antara atom Si dipermukaan HMS dengan atom O dari asam tartrat, sementara asam tartrat sendiri akan tetap utuh, karena ikatan antara C-O dan C-C dalam struktur asam tartrat lebih kuat daripada ikatan Si-O. Jadi upaya



Gambar 3. Spektra inframerah SG dan HMS. A = SG, B = HMS, C = HMS dengan TA, D = HMS dengan TA setelah ekstraksi

penghilangan asam tartrat untuk memperoleh diameter pori yang lebih besar.

Pembentukan gel terjadi dalam waktu 24 jam dan gel hibrida yang terbentuk tidak berwarna (bening). Reaksi-reaksi kondensasi akan terus terjadi membentuk trimer, tetramer, oligomer dan akhirnya membentuk bola-bola polimer. Bola-bola polimer, baik yang berasal dari reaksi kondensasi metiltrietoksisilan dengan gugus silanol (-OH) hasil hidrolisis TEOS dan MTES, maupun kondensasi yang terjadi dengan gugus silanol TEOS akan saling bergabung melalui reaksi kondensasi lanjut membentuk gel hibrida metil silika.

Analisis dengan spektroskopi infra merah terhadap senyawa silika gel dan hibrida metil silika hasil sintesis disajikan dalam Gambar 3. Untuk silika gel, pita serapan pada bilangan gelombang 464,8 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk Si-O dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan vibrasi ulur simetris dari Si-O pada siloksan ditunjukkan pita serapan pada bilangan gelombang 799,5 cm^{-1} . Pita serapan kuat pada bilangan gelombang 1083,9 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O dari siloksan. Sedangkan serapan tajam pada 3423,4 cm^{-1} menyatakan vibrasi ulur -OH dari silanol. Pada hibrida metil silika, proses modifikasi silika gel dari prekursor TEOS dengan senyawa MTES menyebabkan sedikit pergeseran pita serapan yang muncul [16]. Pergeseran serapan untuk regangan

asimetris dari Si-O-Si ke bilangan gelombang yang lebih rendah yaitu $1064,4 \text{ cm}^{-1}$. Vibrasi tekuk dan vibrasi ulur gugus siloksan juga mengalami pergeseran yaitu muncul pada $443,6 \text{ cm}^{-1}$ dan $777,3 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH mengalami penurunan menjadi $941,2 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan bahwa jumlah gugus silanol berkurang akibat terjadinya kondensasi dengan senyawa MTES. Munculnya serapan pada bilangan gelombang $1278,7 \text{ cm}^{-1}$ pada HMS menunjukkan terbentuknya ikatan Si-C, sekaligus menunjukkan gugus metil telah terikat dalam struktur silika.

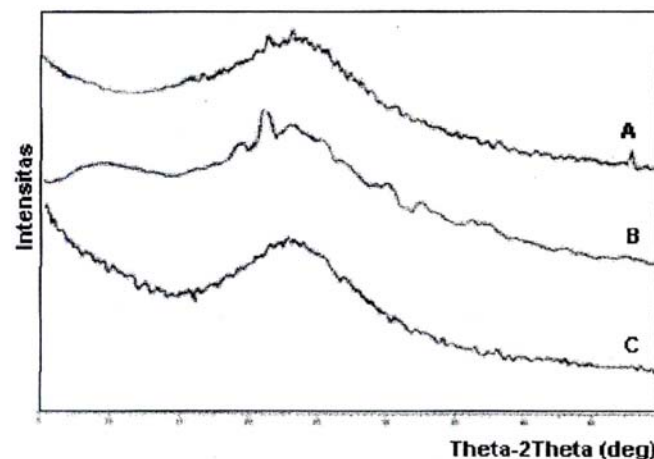
Pada HMS dengan penambahan *template* asam tartrat, pita tajam pada $3409,9 \text{ cm}^{-1}$ diakibatkan tidak terbentuknya ikatan hidrogen dalam interaksi antara HMS dengan asam tartrat. Pita kuat dan karakteristik pada $1739,7 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus karbonil C=O dari asam tartrat. Penambahan asam tartrat juga menambah intensitas vibrasi ulur asimetris Si-O dari gugus siloksan yaitu $1087,8 \text{ cm}^{-1}$ dibandingkan dengan silika gel. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh transfer elektron atom O dari gugus karboksil maupun gugus silanol, dapat menyerang atom Si dari HMS membentuk Si-O-Si. Hal ini juga menunjukkan telah terjadi penambahan intensitas gugus silanol dan pembentukan ikatan siloksan (Si-O-Si). Untuk HMS dengan *template* asam tartrat yang telah dihilangkan dengan metode ekstraksi pelarut, terjadi pergeseran bilangan gelombang untuk ikatan siloksan (Si-O-Si) menjadi $1058,8 \text{ cm}^{-1}$, hal ini menunjukkan energi ikat siloksan menurun, sehingga ikatan antar atom melemah dan mengakibatkan putusannya ikatan Si-O-Si antara permukaan HMS dengan permukaan asam tartrat. Selain itu, serapan karakteristik gugus karbonil C=O dari asam tartrat pada $1739,7 \text{ cm}^{-1}$ dan pita-pita tajam pada daerah sekitar $1134,1 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan panjang gelombang untuk ikatan C-O sudah tidak muncul lagi, hal ini menunjukkan bahwa *template* asam tartrat telah berhasil dihilangkan dari HMS.

Hasil karakterisasi hibrida metil silika dari prekursor TEOS dan MTES menggunakan metode difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 terlihat bahwa, baik HMS dengan penambahan *template* sebelum dan sesudah ekstraksi, maupun HMS tanpa *template*, menunjukkan pola difraksi yang relatif sama,

puncak melebar. HMS tanpa *template* asam tartrat memiliki intensitas maksimum pada $2\theta = 22,7 - 23,14^\circ$, sedangkan HMS dengan *template* asam tartrat sebelum ekstraksi, memiliki intensitas maksimum pada daerah $2\theta = 22,76 - 23,8^\circ$. Melebarnya puncak tersebut menunjukkan bahwa HMS yang diperoleh memiliki struktur amorf. Pola dari difraktogram HMS tanpa *template* sebelum ekstraksi dan HMS dengan *template* setelah ekstraksi menunjukkan bentuk dan intensitas yang mirip. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan senyawa MTES maupun *template* asam tartrat tidak mengakibatkan perubahan kekristalan adsorben.

Hasil analisis luas permukaan pada berbagai adsorben yang diteliti disajikan dalam Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan bahwa volume pori fungsi dari luas permukaan spesifik adsorben, yaitu semakin besar luas permukaan maka semakin besar volume pori. Silika gel hasil sintesis memiliki luas permukaan lebih kecil, $69,746 \text{ m}^2/\text{g}$ dan ukuran pori sedikit lebih besar, $24,085 \text{ \AA}$, dibandingkan yang diperoleh Scott yaitu, $85 \text{ m}^2/\text{g}$ dan 22 \AA [4].

Diameter pori SG dan HMS tanpa *template* hampir sama, mengindikasikan bahwa penambahan MTES tidak terlalu mempengaruhi ukuran pori, tetapi hanya berpengaruh pada penambahan gugus metil



Gambar 4. Difraktogram sinar X, (A) HMS tanpa *template*, (B) HMS dengan *template* sebelum ekstraksi, (C) HMS setelah ekstraksi.

Tabel 1. Hasil analisis luas permukaan adsorben SG dan HMS dengan variasi *template* asam tartrat.

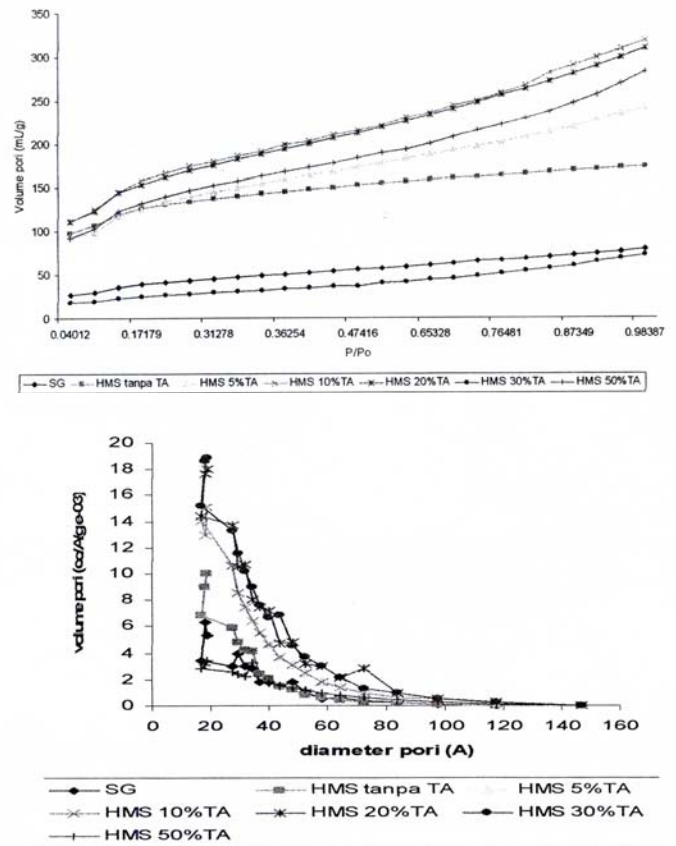
Adsorben	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	Volume pori total (mL/g)	Diameter pori (\AA)
Silika gel (SG)	69,746	0,083	24,085
HMS tanpa TA	437,902	0,267	24,410
HMS 5%TA setelah ekstraksi	457,495	0,370	32,268
HMS 10%TA setelah ekstraksi	569,265	0,489	34,388
HMS 20%TA setelah ekstraksi	553,324	0,476	34,416
HMS 30%TA setelah ekstraksi	93,133	0,112	48,186
HMS 50%TA setelah ekstraksi	481,568	0,434	36,102

(-CH₃). Silika gel memiliki permukaan yang relatif lebih kecil dibandingkan dengan HMS, hal ini memperlihatkan bahwa penambahan senyawa MTES dan *template* dapat memperbesar luas permukaan HMS. Namun semakin banyak penambahan *template* diperoleh luas permukaan HMS yang semakin kecil, dan terlihat signifikan pada HMS 30% TA setelah ekstraksi. Hal ini dapat dijelaskan adanya dua faktor yang saling berkompetisi yaitu ukuran pori dan luas permukaan [17].

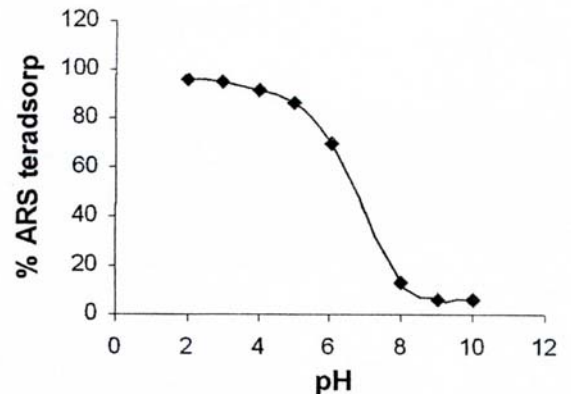
Ukuran pori tidak mengalami perbedaan yang signifikan saat konsentrasi *template* 10% dan 20%. Ukuran pori maksimum diperoleh pada saat konsentrasi *template* yang ditambahkan 30 %, hal ini disebabkan adsorpsi *template* asam tartrat kedalam struktur HMS akan mencegah pertumbuhan partikel dan kondensasi silang antar partikel silikat, sehingga terbentuk suatu 'ruang' antar partikel silikat. Asam tartrat yang terdapat dalam ruang tersebut akan keluar, kemudian terbentuk pori dengan ukuran yang lebih besar. Namun pada penambahan *template* 50% dan seterusnya, terjadi penurunan pori karena *template* cenderung akan menggumpal, dan susah teradsorpsi kedalam struktur HMS, sehingga tidak banyak berkontribusi bagi pembentukan pori, tetapi hanya berkumpul pada permukaan HMS dan memungkinkan menutupi pori lain yang telah terbentuk. Evaluasi terhadap penambahan konsentrasi *template* dan kemampuannya membentuk struktur berpori, memperlihatkan bahwa agregasi molekul *template* dan interaksi ikatan hidrogen antara *template* dengan prekursor TEOS memegang peran penting dalam pembentukan material mesopori.

Grafik hubungan volume pori terhadap tekanan relatif dan volume pori terhadap diameter SG dan HMS ditampilkan pada Gambar 5 (a) dan 5 (b). Pada Gambar 5 (a) terlihat SG dan HMS tanpa atau dengan *template*, memiliki pola isoterm adsorpsi yang mirip. Ini mengindikasikan penambahan MTES dan *template* asam tartrat relatif tidak mengakibatkan perubahan struktur permukaan dan ukuran pori adsorben. Adsorpsi tipe ini akan terjadi bila frekuensi kontak antara adsorben dengan adsorbat relatif tinggi dan umumnya terjadi pada padatan dengan diameter pori lebih besar dari diameter mikropori. Biasanya diawali dengan terjadinya adsorpsi satu lapis (*monolayer*), kemudian dengan peningkatan tekanan relatif, lapisan kedua dan seterusnya terbentuk secara merata sampai keadaan jenuh tercapai. Pola isoterm adsorpsi SG terletak paling bawah, mengindikasikan volume adsorpsinya paling kecil. Terlihat bahwa bentuk grafik isoterm cenderung landai dan horizontal pada tekanan relative (P/P₀) yang tinggi. Grafik landai menunjukkan bentuk pori yang tidak teratur. Pada gambar 5 (b) memperlihatkan diameter pori silika gel maupun HMS terletak pada rentang diatas 20 Å, mirip yang disampaikan Oscik [3].

Pengaruh perubahan pH terhadap adsorpsi ARS disajikan dalam Gambar 6, dan terlihat adsorpsi maksimum terjadi pada kondisi asam, dengan rentang



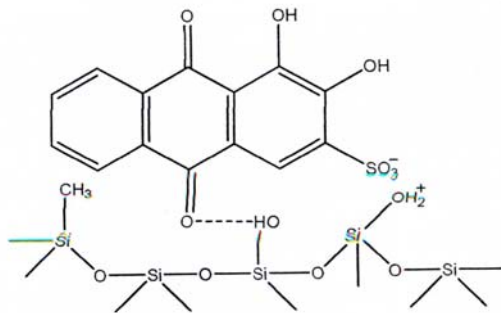
Gambar 5. (a) Pola isoterm adsorpsi SG dan HMS. (b) Distribusi ukuran pori SG dan HMS.



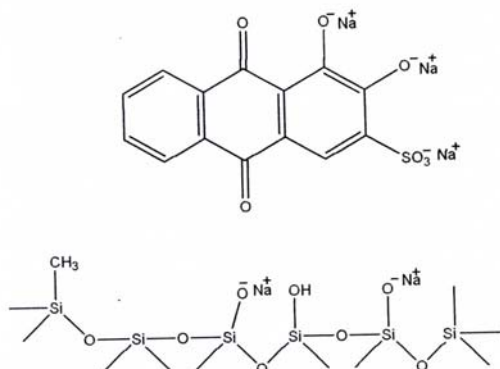
Gambar 6. Pengaruh perubahan pH terhadap adsorpsi ARS oleh HMS.

pH: 2-4. Persentase ARS yang teradsorpsi semakin berkurang dengan bertambahnya pH, bahkan mengalami penurunan yang drastis pada saat terjadinya perubahan pH asam ke basa. Hal ini dipengaruhi oleh interaksi elektrostatis dan ikatan hidrogen yang terjadi antara permukaan HMS dengan permukaan ARS. Pada pH rendah, gugus silanol HMS akan terprotonasi, sehingga permukaan HMS bermuatan positif, sedangkan gugus sulfonat pada ARS kehilangan satu proton sehingga bermuatan

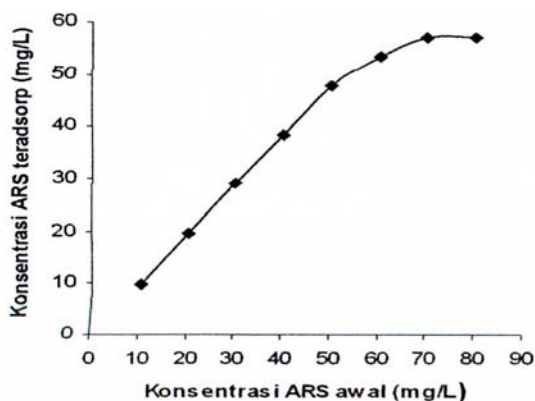
negatif. Perbedaan muatan permukaan antara ARS dan HMS menyebabkan terjadinya interaksi elektrostatik, sehingga ARS terikat pada permukaan adsorben HMS. Terbentuknya ikatan hidrogen antara gugus silanol (-OH) dari permukaan HMS dengan atom O dari ARS juga berperan penting dalam meningkatkan konsentrasi ARS yang teradsorpsi. Interaksi hidrofobik juga terjadi dalam proses ini, yaitu interaksi gugus $-CH_3$ dari adsorben HMS dengan $-CH=CH-$ dari adsorbat ARS. Interaksi antara permukaan HMS dengan ARS pada suasana asam, disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Interaksi antara HMS dengan ARS pada suasana asam.



Gambar 8. Interaksi antara permukaan HMS dengan ARS pada suasana basa.

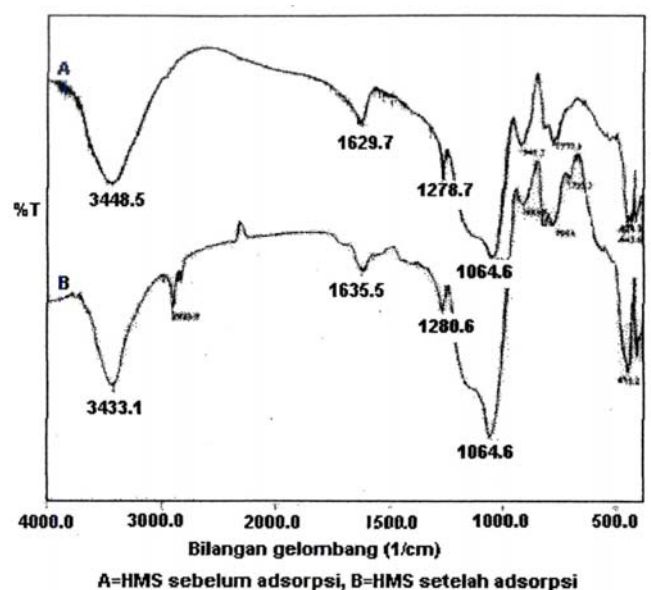


Gambar 9. Pengaruh konsentrasi awal ARS terhadap kemampuan adsorpsi.

Pada suasana basa atau pH tinggi, gugus $-OH$ dari ARS akan mengalami deprotonasi sehingga muatan permukaannya menjadi negatif. Bahkan saat $pH > 8,5$, ARS memiliki tiga muatan negatif. Pada kondisi basa, permukaan HMS bermuatan negatif. Hal ini menyebabkan tolakan antar permukaan, sehingga kemampuan adsorpsi akan menurun. Interaksi antara HMS dengan ARS pada suasana basa dapat dilihat pada Gambar 8.

Pengaruh konsentrasi zat warna terhadap kemampuan adsorpsi disajikan dalam Gambar 9 dan terlihat bahwa semakin besar konsentrasi zat warna ARS maka konsentrasi ARS yang teradsorpsi meningkat dan mencapai maksimum pada konsentrasi ARS 70 mg/L. Persentase rerata penyerapan ARS oleh HMS adalah 90,87 %. Hal ini menunjukkan bahwa HMS yang memiliki struktur mesopori dengan hidrofobisitas yang tinggi akibat adanya gugus $-CH_3$, efektif untuk menyerap zat warna ARS pada kondisi asam.

Interaksi yang terjadi antara adsorben HMS dengan zat warna ARS disajikan dalam Gambar 10. Dari Gambar 10 terlihat perbedaan antara HMS sebelum dan sesudah adsorpsi, yaitu terjadi pergeseran bilangan gelombang pada daerah sekitar 3400 cm^{-1} , dari sebelum adsorpsi pada $3448,5\text{ cm}^{-1}$. Hal ini dimungkinkan karena terbentuknya ikatan hidrogen antara gugus silanol (Si-OH) dari HMS dengan O karbonil ARS. Pembentukan ikatan hidrogen ini akan melemahkan ikatan O-H silanol, energi ikat menurun sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang menjadi lebih kecil.



Gambar 10. Spektra perbandingan HMS sebelum dan setelah adsorpsi.

KESIMPULAN

Hibrida metil silika atau silika termodifikasi gugus metil dapat disintesis dengan reaksi hidrolisis dan kondensasi antara tetraetiletoksisilan dengan metiltrietoksisilan melalui proses sol-gel.

Hibrida metil silika dapat dimodifikasi porositasnya dengan menggunakan asam tartrat sebagai *template*. Penambahan *template* asam tartrat dapat meningkatkan ukuran diameter pori hibrida metil silika, makin besar konsentrasi *template* asam tartrat menghasilkan material silika dengan ukuran pori yang makin besar, yaitu dari 24,085 Å menjadi 48,186 Å.

Hibrida metil silika mesopori hasil sintesis dapat digunakan sebagai adsorben yang efektif untuk adsorpsi zat warna alizarin Red-S dengan kemampuan adsorpsi rata-rata 90,87% untuk Hibrida metil silika tanpa *template* dan 97,62% untuk hibrida metil silika dengan *template* setelah ekstraksi. Adsorpsi alizarin Red-S akan meningkat pada suasana asam dan mengalami penurunan pada kondisi basa.

DAFTAR PUSTAKA

- Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., and Herman, J.M., 2001, *Appl. Catal. B: Environ*, 31, 145-157.
- Blais, J.F., Dufresne, B., and Mercier, G., 2000, *Rev. Sci. Eau*, 12(4), 687-711.
- Oscik, J., 1982, *Adsorption*, Ellis Horwood Limited, England.
- Scott, R.P.W., 1993, *Silica gel and Bonded Phase, Their Production, Properties and Use in LC*, John Wiley and Sons, Toronto.
- Airoldi, C., and Arakaki, L.N.N., 2001, *Polyhedron*, 20, 929-936.
- Terrada, K., Matsumoto, K., and Kimora, H., 1983, *Chem. Acta*, 153, 237-247.
- Wei, Y., Xu, J., Dong, H., and Lin, M., 2000, *Mater. Lett*, 44(1), 6-11.
- Pang, J.B., Qiu, K.Y., and Wei, Y., 2001, *J. Non. Crystalline Solids*, 283, 101-108.
- Brennan, J.D., Benjamin, D., Dibattista, E., and Gulcev, M.D., 2003, *Chem. Mater*, 15(3), 737-745.
- Kunarti, E.S., 2004, *Characterisation of Silica Sol-Gel Monolith and Nanotubes for Encapsulation of Biomolecules*, PhD Thesis, Univ of New South Wales, Australia.
- Wang, L., Tomura, S., Maeda, M., Obashi, F., Inukai, K., and Suzuki, M., 2000, *Chem. Lett*, 1414.
- Soler-Illia, G., Sancez, C and Louis, G.A., 2000, *Chem. Commun*, 1755.
- Lacheb, H., Puzenat, E., Houas, A., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., and Herman, J.M., 2002, *Appl. Catal. B: Environ*, 39, 75-90.
- Gregg, S.J. and Sing, 1967, *Adsorption, Surface Area, and Porosity*, Academic Press, London.
- Lowel, S. and Shield, J.E., 1984, *Powder Surface Area and Porosity*, 2nd ed, Chopman and Hall Ltd, London.
- Skoog, D.A., and Leary, J.C., 1992, *Principles of Instrument Analysis*, 4th ed, Saunders College Publishing, London.
- Tian, B., Liu, X., Tu, B., Yu, C., Fan, J., Wang, L., Xie, S., Stucky, G.D., and Zhao, D., 2003, *Nature Mater*, 2, 160.