

repository.ub.ac.id

**Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palembang  
Putri (*Veitchia merillii*) dengan Oksidator H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk  
Adsorpsi Cr(VI)**

**SKRIPSI**

Oleh:

**DIANISARI SOFIA RANTI**

**145090207111029**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2018**

UNIVERSITAS  
BRAWIJAYA



repository.ub.ac.id

**Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palem Putri (*Veitchia merillii*) dengan Oksidator  $H_2SO_4$  untuk Adsorpsi Cr(VI)**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh:  
**DIANISARI SOFIA RANTI**  
**145090207111029**



**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**  
**MALANG**  
**2018**



## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palembang Putri  
(*Veitchia merillii*) dengan Oksidator  $H_2SO_4$  untuk Adsorpsi  
Cr(VI)**

Oleh:

**Dianisari Sofia Ranti**  
**145090207111029**

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal 18 JUL 2018  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Dr. Tutik Setianingsih, M.Si  
NIP. 196912221994022001

Pembimbing II

Drs. Danar Purwonugroho, M.Si  
NIP. 196006101992031002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP 197310202002121001

**LEMBAR PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dianisari Sofia Ranti

NIM : 145090207111029

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi yang berjudul:

**Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palem Putri  
(*Veitchia merillii*) dengan Oksidator  $H_2SO_4$  untuk Adsorpsi  
Cr(VI)**

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Juli 2018  
Yang menyatakan,



(Dianisari Sofia Ranti)  
NIM 145090207111029

## Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palem Putri (*Veitchia merillii*) dengan Oksidator $H_2SO_4$ untuk Adsorpsi Cr(VI)

### ABSTRAK

Karbon aktif dapat disintesis dari pirolisis biomassa. Salah satu fungsi karbon aktif adalah sebagai adsorben yang kinerjanya dapat ditingkatkan melalui fungsionalisasi, di antaranya melalui aktivasi dan oksidasi dengan  $H_2SO_4$ . Pada penelitian ini karbon aktif disintesis dari buah palem putri (*Veitchia merillii*) yang masih hijau. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengkaji pengaruh konsentrasi larutan asam sulfat terhadap gugus fungsi permukaan karbon aktif dan adsorpsi Cr(VI) oleh karbon aktif hasil fungsionalisasi. Kromium (VI) merupakan jenis logam berat yang bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik. Dalam prosesnya, karbon aktif dipreparasi dengan KOH pada temperatur pirolisis  $500^\circ C$ . Oksidasi karbon aktif dilakukan dengan larutan  $H_2SO_4$  pada berbagai konsentrasi (1, 3, 5, 7, 9 M) pada temperatur  $80^\circ C$ . Uji adsorpsi Cr(VI) dilakukan dengan konsentrasi Cr(VI) 8 ppm, kecepatan pengocokan 200 rpm selama 24 jam. Hasil karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR mengindikasikan adanya peningkatan gugus fungsi C=O, C-O, S=O, dan S-O akibat oksidasi dengan  $H_2SO_4$ . Namun demikian spektra FTIR tidak menunjukkan perubahan puncak gugus fungsi akibat konsentrasi secara signifikan. Hasil uji adsorpsi menunjukkan bahwa persen adsorpsi tertinggi terhadap Cr(VI) terjadi pada karbon aktif hasil oksidasi dengan konsentrasi  $H_2SO_4$  3 M yaitu sebesar  $71,38 \pm 0,088\%$  ( $1,302 \pm 0,002$  mg/g).

*Kata kunci: karbon aktif, palem putri, oksidasi, gugus fungsi, adsorpsi*

## Synthesis of Functionalized Activated Carbon from Putri Palm Fruit (*Veitchia merillii*) using H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Oxidator for Cr(VI) Adsorption

### ABSTRACT

Activated carbon can be synthesized from biomass pyrolysis. One of activated carbon functions is as adsorbent. Its performance in adsorption can be improved using functionalization treatments, such as activation and oxidation using H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. In this research, the activated carbon was prepared from green "PUTRI" palm fruit (*Veitchia merillii*). Purpose of this research is to study effect of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution concentration toward surface functional group of activated carbon and adsorption of Cr(VI) by the functionalized carbon. Cr(VI) is a toxic, carcinogenic, and mutagenic heavy metal. In the process, the activated carbon was prepared using KOH activator at 500°C pyrolysis temperature. Adsorption test was conducted at adsorption condition: Cr(VI) of 8 ppm, shaking at 200 rpm for 24 hours. Result of characterization using FTIR spectrophotometry indicated that there was the improvement of C=O, S=O, C-O, and S-O functional groups due to the oxidation. However, no significant change of spectra was shown by increasing of the concentration. The adsorption test showed that the H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution concentration of 3 M gave the highest adsorption, i.e.  $71.38 \pm 0.088\%$  ( $1.302 \pm 0.002$  mg/g).

*Keywords: activated carbon, putri palm, oxidation, functional group, adsorption*



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat, taufiq, dan hidayahnya skripsi yang berjudul **Sintesis Karbon Aktif Terfungsionalisasi dari Buah Palem Putri (*Veitchia merillii*) dengan Oksidator  $H_2SO_4$  untuk Adsorpsi Cr(VI)** dapat tersusun dan terselesaikan dengan baik. Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terimakasih ditujukan kepada:

1. Dr. Tutik Setianingsih, M.Si selaku pembimbing I dan Drs. Dinar Purwonugroho, M.Si selaku Pembimbing II yang telah banyak memberikan bimbingan dan saran yang diberikan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Moh. Farid Rahman, S.Si., M.Si selaku penasehat akademik yang telah memberikan semangat, dukungan dan masukan.
3. Masruri, S.Si, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia serta segenap dosen, karyawan, dan laboran atas semua bimbingan dan bantuan selama ini.
4. Kedua orang tua penulis, Nur Hidayat dan Tutik Wuri Handayani; kakak dan adik, Taufika Nurani Fajri, Burhanifuadi Juang, dan Kamila Rizki Kusumastuti; serta segenap keluarga besar atas segala dukungan dan doa yang diberikan dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Keluarga PSDM BEM FMIPA UB periode 2015, Qurrota A'yun Mashyur, Didin Wahyu Agustina, Bobby Eko Prasetyo Raharjo, Ranga Nur Cahyadi, Satria Wira Bagaskara, Rossy YS, Sony Harnanta Pratama, Suhadi Syamsuddin, Lina Fitriyana, Anisa Widyaningrum, Ikharanofa Mayola.
6. Keluarga PSDM BEM FMIPA UB periode 2016, Satrio Yudanto, Rossy YS, Satria Wira Bagaskara, Selena Bunga Deshinta, Galuh Rahmaniah, Cessa Mithaco, Lyshe Martya Herlistriana, Syamaidzar, Fadhail Faiz Effendi, Mochammad Zainal Arifin, Muhammad Faisal.
7. Keluarga PSDM BEM FMIPA UB periode 2017, Syamaidzar, Lyshe Martya Herlistriana, Sakhiyyah Afifah, Nabila Nurvelia, Widiarni Ginta Sasmita, Rafika Choirunnissa, Farida Rachmawati, Muhammad Zulkifli Hardian, M. Adam Lukman Chaubah, Feryan Adi Anggana, Mochammad Irfanudin, Intan



- Yunisya, Zidane Aryandi, Isfar Hakim Ramadhan atas waktu, bantuan, semangat, dan kebersamaan selama di Malang.
8. Keluarga besar BEM FMIPA UB periode 2015-2017
  9. Sekolah Kebangsaan Brawijaya 2014 dan Sahabat Serasi: Agus, Wafiq, Fikry, Adi, Zahwa, Alfis, Nopya yang selalu mengajarkan arti kebaikan dan kebermanfaatannya.
  10. Tim karbon aktif, Indriani Dwi Rahayu dan Safira Dwi Prakusya, yang selalu membantu dalam penelitian di laboratorium dan penulisan laporan
  11. Istorina, Rizqullah, Cessa, dan teman Kimia 2014 yang telah kebersamaan, membantu, dan mendukung selama penelitian dan penulisan skripsi ini.
  12. Seluruh pihak dan instansi yang membantu terselesaikannya penelitian dan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaan sehingga dapat bermanfaat bagi pihak yang membaca.

Malang, Juli 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>5</b>
1.1 Biomassa	5
1.2 Karbon Aktif	6
1.3 Aktivasi Karbon	8
1.4 Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Oksidasi	9
1.5 Adsorpsi	11
1.6 Karakteristik Cr(VI)	12
1.7 Penentuan Cr(VI) secara Spektrofotometri UV-Vis	13
1.8 Karakterisasi Produk	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	<b>19</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	19
3.2.1 Alat Penelitian	19
3.2.2 Bahan Penelitian	19
3.3 Tahapan Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian	20
3.4.1 Preparasi prekursor	20
3.4.2 Aktivasi buah palem dengan KOH	20
3.4.3 Fungsionalisasi karbon aktif dengan oksidasi	20

3.4.4 Uji adsorpsi	20
3.4.5 Analisis Cr(VI) secara spektrofotometri UV-Vis	21
3.4.6 Analisis data	22
3.4.7 Uji statistik	22
<b>BAB IV PEMBAHASAN</b>	<b>25</b>
4.1 Pengaruh variasi konsentrasi oksidator H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> terhadap gugus fungsi permukaan dan adsorpsi Cr(VI)	25
4.1.1 Pengaruh terhadap gugus fungsi permukaan	25
4.1.2 Pengaruh terhadap adsorpsi Cr(VI)	27
4.2 Pengaruh variasi perlakuan adsorben terhadap gugus fungsi permukaan dan adsorpsi Cr(VI)	30
4.2.1 Pengaruh terhadap gugus fungsi permukaan	30
4.2.2 Pengaruh terhadap adsorpsi Cr(VI)	32
4.3 Morfologi permukaan karbon aktif hasil oksidasi	34
<b>BAB V PENUTUP</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>39</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>47</b>



**DAFTAR TABEL**

Tabel 3.1	: Pola analisis uji F	22
Tabel 4.1	: Interpretasi spektra IR adsorben variasi konsentrasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	26
Tabel 4.3	: Interpretasi spektra IR adsorben variasi perlakuan	31
Tabel D.1	: Data Cr(VI) yang teradsorpsi pada berbagai variasi konsentrasi	56
Tabel D.2	: Data Cr(VI) yang teradsorpsi pada berbagai variasi perlakuan	58
Tabel F.1	: Pola analisis uji F variasi konsentrasi	61
Tabel F.2	: Tabel analisis sidik ragam satu arah pada adsorpsi Cr(VI) variasi konsentrasi	62
Tabel F.3	: Pola analisis uji F variasi perlakuan	64
Tabel F.4	: Tabel analisis sidik ragam satu arah pada adsorpsi Cr(VI) variasi perlakuan	65
Tabel G.1	: Data konsentrasi dan absorbansi larutan baku Cr(VI)	67



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	: Struktur karbon aktif	6
Gambar 2.2	: Gugus fungsi pada permukaan karbon aktif	7
Gambar 2.3	: Reaksi fungsionalisasi karbon dengan $H_2SO_4$	10
Gambar 2.4	: Material karbon tersulfonasi	10
Gambar 2.5	: Adsorpsi oleh karbon aktif	11
Gambar 2.6	: Spesi Cr(VI) pada larutan	13
Gambar 2.7	: Struktur difenilkarbazida	14
Gambar 2.8	: Reaksi kompleks difenilkarbazida	14
Gambar 2.9	: Hubungan antara energi dan transisi elektron	16
Gambar 2.10	: Spektrum FTIR karbon aktif	17
Gambar 2.11	: Foto SEM karbon aktif dari sekam padi hasil aktivasi dengan KOH	18
Gambar 4.1	: Spektra FTIR karbon aktif dari buah palem hasil oksidasi pada berbagai konsentrasi larutan $H_2SO_4$	25
Gambar 4.2	: Nilai adsorpsi Cr(VI) oleh karbon aktif dari buah palem hasil oksidasi pada berbagai konsentrasi larutan $H_2SO_4$	28
Gambar 4.3	: Spektra FTIR buah palem, karbon aktif, dan karbon aktif hasil oksidasi	30
Gambar 4.4	: Grafik hubungan nilai adsorpsi terhadap adsorben berbagai perlakuan	32
Gambar 4.5	: Karakterisasi SEM karbon aktif	35
Gambar G.1	: Kurva baku Cr(VI)	67
Gambar H.1	: Spektra IR Buah Palembang Putri	68
Gambar H.2	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 0 M	68
Gambar H.3	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 1 M	69
Gambar H.4	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 3 M	69
Gambar H.5	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 5 M	70
Gambar H.6	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 7 M	70
Gambar H.7	: Spektra IR Karbon Aktif Oksidasi 9 M	71



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Preparasi Larutan	47
Lampiran B.	Diagram Alur Penelitian	50
Lampiran C.	Diagram Alir	51
Lampiran D.	Perhitungan Data Hasil Penelitian	56
Lampiran E.	Perhitungan Keasaman Karbon	60
Lampiran F.	Uji Statistik	61
Lampiran G.	Kurva Baku Cr(VI)	67
Lampiran H.	Data Karakterisasi IR	68



## DAFTAR ISTILAH DAN LAMBANG

<b>Simbol/singkatan</b>	<b>Keterangan</b>
%	Persentase
A	Absorbansi
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared</i>
g	Gram
g/mol	Gram per mol
mg/L	Miligram per liter
ppm	<i>Part per million</i>
rpm	<i>Revolution per minute</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>









# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Air merupakan unsur alam sangat penting yang dimanfaatkan untuk menyokong kehidupan makhluk hidup. Masalah utama yang berkaitan dengan ketersediaan sumber daya air adalah degradasi kualitas air di lingkungan. Kegiatan industri turut berkontribusi dalam penurunan kualitas air bersih. Kondisi ini mengakibatkan dampak negatif berupa gangguan maupun kerusakan pada sistem tubuh makhluk hidup.

Salah satu industri yang berkontribusi menyumbang polutan di perairan adalah industri batik. Proses pencelupan atau pewarnaan batik menghasilkan limbah cair yang mengandung logam berat kromium [1]. Ion kromium termasuk logam berat yang berbahaya. Di alam, kromium berada dalam bentuk trivalen [Cr(III)] dan heksavalen [Cr(VI)] yang bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik. Akibat sifat kimianya yang berbahaya, Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 82 tahun 2001 menetapkan batas ambang maksimum kromium heksavalen adalah 0,05 ppm [2].

Menurut Baryatik (2016), kadar kromium total dalam limbah cair batik pada bak sisa proses pencelupan atau pewarnaan pada industri batik UD. Pakem Sari Jember adalah sebesar 8,1 mg/L. Hal ini berarti kadar kromium total pada lokasi tersebut sudah melebihi batas ambang maksimum [1].

Beberapa metode telah dikembangkan untuk mengurangi kadar Cr(VI), salah satunya adalah metode adsorpsi. Metode adsorpsi merupakan proses fisika dan kimia, dimana adsorbat (pencemar) terakumulasi di permukaan padatan (adsorben). Metode adsorpsi dilakukan dengan cara melewatkan limbah melalui adsorben dengan harapan senyawa-senyawa beracun dapat teradsorpsi [3]. Adsorpsi memiliki beberapa kelebihan dibanding metode lain, di antaranya biaya yang diperlukan relatif murah, prosesnya sederhana, efektifitas dan efisiensinya tinggi, dan adsorbennya dapat diregenerasi [4].

Material yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben misalnya alumina, karbon aktif, silika gel, dan zeolit [5]. Karbon aktif atau arang aktif adalah suatu bentuk arang yang mempunyai daya serap tertentu terhadap warna, bau-bauan, atau zat-zat lain [4]. Pada penelitian ini, karbon aktif dipilih sebagai adsorben karena memiliki

kualifikasi sebagai adsorben yang baik, seperti memiliki permukaan yang luas dan mempunyai kemampuan adsorpsi yang besar, sehingga fungsi adsorpsi dapat berjalan lebih optimal [6].

Penelitian yang dilakukan oleh Utama, dkk (2013) menyatakan bahwa luas area permukaan karbon aktif dari kulit salak adalah sebesar 2526,446 m<sup>2</sup>/g, total volume pori sebesar 1,456 cc/g, dan diameter pori rata-rata sebesar 2,305 nm. Persen *removal* ion Cr(VI) sebesar 34,8% pada pH 2 [7]. Selain itu, penelitian lain menyebutkan bahwa persentase adsorpsi karbon aktif dari biji nyamplung sebesar 26,36%, konsentrasi ion Cr(VI) maksimum adalah 150 mg/L dengan kapasitas adsorpsi sebesar 0,376 mg/g [8].

Beberapa biomassa dapat diproses menjadi karbon aktif dengan cara aktivasi, kalsinasi, dan fungsionalisasi. Buah palem putri termasuk dalam kelompok *Arecaceae* (palem-paleman). Menurut hasil uji analisis di Laboratorium Nutrisi dan Pakan Ternak Fakultas Peternakan Universitas Brawijaya tahun 2018, kandungan liganulosa pada buah palem putri antara lain hemiselulosa 26,33%, selulosa 30,40%, lignin 12,40%, dan silikat 2.18%

Berbagai pengembangan telah diupayakan untuk meningkatkan kualitas adsorpsi karbon aktif. Salah satunya dengan modifikasi permukaan dengan oksidasi untuk menambahkan gugus aktif permukaan. Asam sulfat dipilih karena memiliki lebih banyak situs aktif. Selain itu, asam sulfat dapat membuka dan memperluas pori karbon dengan cara mengeliminasi kotoran berupa oksida logam yang menutupi pori-karbon [9].

Penelitian ini akan mempelajari pengaruh konsentrasi oksidator H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap gugus fungsi karbon aktif dari biomassa buah palem putri dan adsorpsi limbah Cr(VI) oleh karbon aktif hasil oksidasi.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada oksidasi karbon aktif terhadap adsorpsi Cr(VI) dan gugus fungsi permukaan karbon aktif?
2. Bagaimana pengaruh oksidasi karbon aktif terhadap adsorpsi Cr(VI) dibandingkan karbon aktif tanpa oksidasi?
3. Bagaimana morfologi karbon aktif yang memberikan nilai adsorpsi tertinggi?

### 1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan uraian perumusan masalah diatas, maka penelitian ini dibatasi pada:

1. Karbon aktif dipreparasi dari buah palem putri yang masih berwarna hijau
2. Aktivasi buah palem menggunakan larutan KOH
3. Fungsionalisasi karbon aktif dengan oksidasi menggunakan  $H_2SO_4$
4. Konsentrasi oksidator  $H_2SO_4$  dibatasi pada 1, 3, 5, 7, dan 9 M
5. Limbah Cr(VI) yang digunakan adalah limbah model, yaitu larutan Cr(VI) hasil preparasi

### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini antara lain:

1. Mempelajari pengaruh konsentrasi  $H_2SO_4$  pada oksidasi karbon aktif terhadap adsorpsi Cr(VI) dan gugus fungsi permukaan karbon aktif?
2. Mempelajari pengaruh oksidasi karbon aktif terhadap adsorpsi Cr(VI) dibandingkan karbon aktif tanpa oksidasi?
3. Mengidentifikasi morfologi karbon aktif yang memberikan nilai adsorpsi tertinggi

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini dapat dimanfaatkan sebagai salah satu referensi untuk preparasi karbon aktif dengan peningkatan kualitas karbon aktif melalui oksidasi. Selain itu, hasil penelitian ini juga dapat digunakan sebagai referensi dalam penggunaan karbon aktif hasil oksidasi pada pengolahan limbah cair Cr(VI)



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Biomassa

Biomassa adalah padatan organik atau anorganik yang dihasilkan dari makhluk hidup. Biomassa dapat berasal dari berbagai jenis limbah seperti pupuk kandang, limbah kertas, lumpur, dan limbah industri. Selain itu, biomassa juga dapat diklasifikasikan berdasarkan komponen seperti selulosa, lignin, atau komponen yang terkait. Komponen yang terkandung dalam biomassa menentukan hasil akhir pirolisis. Secara kimia, biomassa tersusun atas beberapa komponen seperti karbon, oksigen, sulfur, nitrogen, dan unsur lain. Di antara elemen-elemen tersebut, karbon merupakan elemen dengan kandungan tertinggi, diikuti dengan oksigen kemudian hidrogen [10].

Ada beberapa teknik untuk mengubah biomassa menjadi biochar, secara biologi, kimia, maupun secara fisika. Proses termokimia adalah proses yang lebih sering digunakan daripada biokimia. Beberapa teknik tersebut antara lain pembakaran, gasifikasi, dan pirolisis. Pirolisis akan menghasilkan produk akhir berwujud gas, cair, dan padat. Padatan hasil pirolisis inilah yang disebut biochar. Struktur fisik dan kimia biochar ditentukan pada tahap pirolisis. Sehingga, pirolisis adalah salah satu cara untuk dapat memodifikasi biochar agar memiliki karakteristik tertentu, seperti luas permukaan yang tinggi, kondensasi yang rendah, dan kuran paraktikel yang kecil [11].

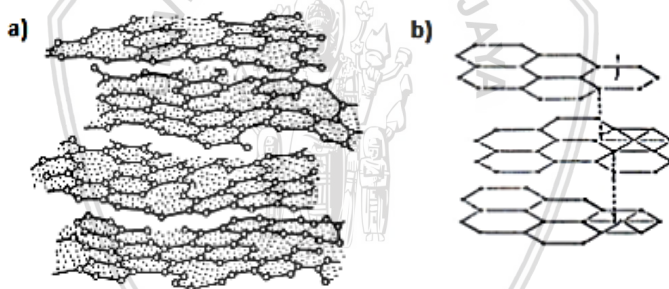
Pada penelitian ini, biomassa yang digunakan adalah buah palem putri yang mempunyai kelimpahan cukup banyak di alam dan memiliki kandungan lignoselulosa yang tinggi yang berpotensi diolah menjadi karbon aktif. Tanaman ini biasanya digunakan sebagai hiasan taman dan penyearah jalan. Buah palem putri termasuk dalam kelompok *Arecaceae* (palem-paleman). Menurut hasil uji analisis laboratorium di Laboratorium Nutrisi dan Pakan Ternak Fakultas Peternakan Universitas Brawijaya tahun 2018, kandungan lignoselulosa pada palem antara lain hemiselulosa 26,33%, selulosa 30,40%, lignin 12,40%, dan silikat 2,18%.

### 2.2 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah suatu bentuk dari materi karbon dengan porositas tinggi. Karbon aktif digunakan sebagai adsorben karena

kemampuan adsorpsinya [12]. Luas permukaan dan porositas tinggi karbon aktif tersebut terbentuk selama proses karbonisasi. Faktor yang berperan terhadap luas permukaan dan porositas karbon aktif adalah zat aktivator dan keadaan karbonisasi yang mempengaruhi struktur pori [13].

Karbon aktif memiliki struktur dasar yang digambarkan sebagai struktur kristalin yang sangat kecil (mikrokristalin) dan atom-atom karbon tersusun atas lapisan bidang datar yang terikat secara kovalen dalam tatanan heksagonal [14-15]. Othmer (1992) menggambarkan karbon aktif memiliki struktur berupa jaringan berliku dari lapisan karbon. Jaringan tersebut dihubungkan secara silang oleh ikatan gugus alifatik. Karbon aktif mempunyai kapasitas adsorpsi yang tinggi terhadap polutan organik yang mengalami peningkatan dari kompleksitas gugus fungsional. Pada permukaan karbon aktif terjadi proses oksidasi yang menghasilkan gugus fungsional yang menyebabkan karbon dapat bersifat asam dan basa (*amfoter*) [16].



**Gambar 2.1:** Struktur karbon aktif (a) Lapisan karbon heksagonal [14] dan (b) struktur mikrokristalin [15]

Luas permukaan spesifik karbon aktif berkisar antara 500-3000  $\text{m}^2/\text{g}$ . Kompleks pori karbon aktif diklasifikasikan menjadi 3 tipe yaitu mikropori (diameter  $<2\text{nm}$ ), mesopori (diameter 2-50 nm), dan makropori (diameter  $>50\text{nm}$ ). Perbedaan tipe kompleks pori karbon aktif (ukuran pori, volume pori, dan luas permukaan) ini dapat dikondisikan dengan mengubah jenis aktivasi atau senyawa kimia yang digunakan untuk mengaktivasi [17].

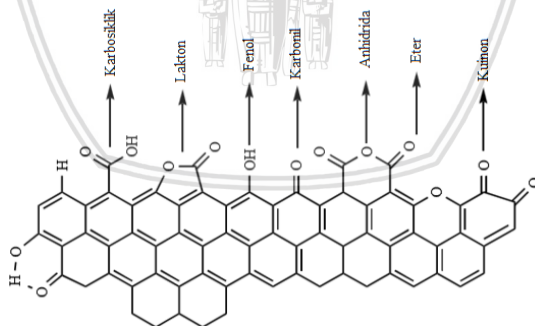
Daya serap karbon aktif merupakan akumulasi atau terkonsentrasinya komponen di permukaan/antar muka dalam dua fasa. Interaksi kedua fasa tersebut akan membentuk suatu fasa baru

yang berbeda dengan fasa sebelumnya. Hal ini disebabkan karena adanya gaya tarik menarik antar molekul, ion, atau atom dalam kedua fasa (gaya Van der Waals). Pada kondisi tertentu, atom, ion, atau molekul dalam daerah antar muka mengalami ketidakseimbangan gaya sehingga mampu menarik molekul lain sampai keseimbangan gaya tercapai [18].

Selain porositas, faktor lain yang mempengaruhi kemampuan adsorpsi dari karbon aktif adalah gugus-gugus fungsi yang ada pada permukaan suatu karbon aktif. Gugus fungsi tersebut akan mempengaruhi interaksi dengan kepolaran adsorbat. Gugus fungsi tersebut juga akan menentukan sifat kimia permukaan karbon aktif [19].

Beberapa gugus fungsi yang terdapat dalam karbon aktif antara lain tersusun atas oksigen, hidrogen, sulfur, dan nitrogen. Gugus fungsional utama yang sering digunakan untuk adsorpsi polutan antara lain karboksil, karbonil, fenol, lakton, kuinon, dan lain lain. Gugus fungsi tersebut diperoleh melalui proses aktivasi, prekursor, perlakuan fisik, maupun perlakuan kimia. Modifikasi gugus fungsi pada permukaan dapat digunakan untuk meningkatkan kualitas kerja adsorpsi karbon aktif [20].

Permukaan karbon dengan beberapa gugus fungsi ditunjukkan pada **Gambar 2.2** [21].



**Gambar 2.2:** Gugus fungsi pada permukaan karbon aktif [21]

### 2.3 Aktivasi Karbon

Pembuatan karbon aktif dapat ditempuh dengan 2 cara aktivasi yaitu fisik dan kimia. Aktivasi fisik adalah proses pemutusan rantai karbon suatu senyawa organik dengan bantuan panas dan gas. Sedangkan, aktivasi kimia adalah proses pemutusan rantai karbon



dengan melibatkan bahan-bahan kimia seperti  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2$ . Unsur-unsur mineral aktivator akan masuk di antara plat heksagon dari kristalit dan memisahkan permukaan yang mula-mula tertutup. Saat dipanaskan, senyawa kontaminan yang berada dalam pori menjadi mudah terlepas. Hal ini menyebabkan luas permukaan yang aktif bertambah besar dan daya serap karbon aktif menjadi meningkat [22].

Karbonisasi dan aktivasi materi karbon adalah proses utama untuk menghasilkan suatu karbon aktif. Karbonisasi adalah pembakaran biomassa tanpa adanya oksigen. Selama karbonisasi, sebagian besar unsur selain karbon akan dihilangkan dalam wujud gas melalui dekomposisi pirolisis. Karbon yang tertinggal akan berikatan dan membentuk kristal yang dikenal dengan kristalit grafit [18]. Sedikit banyak arang/karbon yang dihasilkan tergantung pada komposisi awal biomassa. Semakin banyak kandungan materi volatil, maka semakin sedikit arang dihasilkan karena banyaknya materi yang terlepas di udara [23].

Pada proses karbonisasi, *starting material* dipirolisis pada temperatur tinggi untuk mengeliminasi materi volatil. Proses ini diikuti dengan aktivasi dari agen pengoksidasi kuat seperti  $\text{HCl}$ ,  $\text{KOH}$ , dan  $\text{NaOH}$ , dll [24].

Proses pembuatan karbon aktif terdiri dari beberapa bagian, yaitu [25]:

1. Proses Dehidrasi

Dehidrasi adalah proses pengeliminasian air.

2. Proses Karbonisasi

Karbonisasi adalah proses pembakaran bahan baku dalam kondisi oksigen yang terbatas dengan temperatur tinggi. Proses karbonisasi menyebabkan senyawa organik yang menyusun struktur bahan baku menjadi terurai. Sedangkan, material padat yang tertinggal setelah proses karbonisasi adalah karbon dalam bentuk arang dengan permukaan spesifik yang sempit.

3. Proses Aktivasi

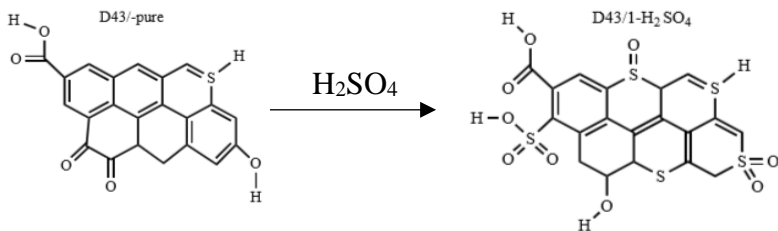
Aktivasi adalah suatu proses bertujuan untuk mengubah memperbesar luas permukaan karbon aktif dengan cara memecah ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul permukaan sehingga hidrokarbon memiliki perubahan sifat baik fisika atau kimia.

Pada penelitian ini, aktivator yang digunakan proses aktivasi karbon aktif adalah larutan KOH. Dalam penelitiannya, Teng (2000) menyatakan bahwa aktivator KOH memberikan hasil yang lebih efektif daripada aktivator lain yaitu  $ZnCl_2$  dan  $H_3PO_4$  untuk menghasilkan porositas karbon pada karbon aktif dari ban bekas. Aktivasi menggunakan KOH menghasilkan luas permukaan  $470 \text{ m}^2/\text{g}$  dan volume pori  $0,57 \text{ cm}^3/\text{g}$  [26]. Sedangkan Apriani (2013) menyebutkan bahwa KOH dapat berinteraksi baik dengan karbon. KOH bersifat basa kuat yang mampu menghilangkan zat pengotor sehingga karbon menjadi lebih berpori [27].

## 2.4 Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Oksidasi

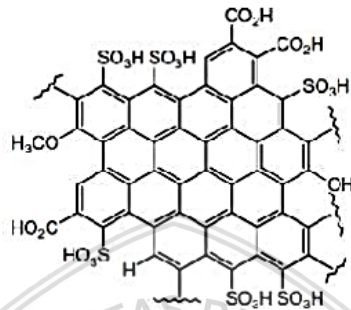
Fungsionalisasi adalah suatu proses memodifikasi karbon aktif dengan cara menghilangkan beberapa gugus fungsi tertentu, memasukkan gugus fungsi baru, atau meningkatkan ekuivalen gugus yang sudah ada. Tujuan dari modifikasi permukaan ini adalah untuk meningkatkan stabilitas kimia, dispersibilitas, dan menyamakan bentuk & ukuran sampel [19, 28]. Terdapat dua mekanisme utama yang dapat terjadi secara bersamaan dalam peristiwa oksidasi karbon aktif oleh asam oksidator, yaitu: 1) teradsorpsinya atom – atom oksigen secara kimia pada permukaan karbon sehingga membentuk gugus-gugus oksida, dan 2) teroksidasinya atom karbon sehingga terjadi pelebaran pori pada karbon aktif [19].

Salah satu larutan yang sering digunakan untuk fungsionalisasi karbon aktif adalah asam sulfat. Fungsionalisasi dengan asam sulfat dilakukan pada temperatur dan konsentrasi asam yang bervariasi.  $SO_3H^-$  adalah gugus fungsi yang dihasilkan pada fungsionalisasi dengan menggunakan asam sulfat [29]. Penambahan gugus sulfonat ( $R-SO_3^-$ ) terhadap permukaan karbon merupakan reaksi endoterm, sehingga membutuhkan panas untuk melangsungkan reaksi [30].



**Gambar 2.3:** Reaksi fungsionalisasi karbon dengan  $H_2SO_4$  [21]

Karakter asam atau basa pada permukaan karbon aktif dipengaruhi oleh gugus fungsi pada permukaan dan delokalisasi elektron. Gugus  $\text{SO}_3\text{H}$  terlihat saat modifikasi permukaan dengan fungsionalisasi oksidatif menggunakan asam sulfat [30].



**Gambar 2.4:** Material karbon tersulfonasi [31]

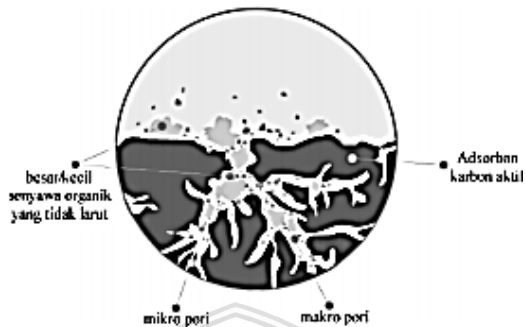
Dalam penelitiannya, Wibowo (2004) menyatakan bahwa kecenderungan sifat polar pada karbon aktif dari tempurung kelapa disebabkan karena peningkatan gugus karboksil dan lakton. Kepolaran tersebut terjadi karena adanya ikatan C-O pada gugus karboksil dan lakton. Sifat elektronegatif atom O dan elektropositif atom C menghasilkan momen dipol yang besar. Semakin besar momen dipol, maka kepolaran karbon aktif juga semakin besar [32].

Selain itu, hasil analisa menyebutkan bahwa meningkatnya konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  berbanding lurus dengan daya serap karbon aktif dari tempurung kelapa terhadap benzene. Hal ini disebabkan karena jumlah gugus basa (pyrone) semakin berkurang. Sehingga jika ditinjau secara menyeluruh, kepolaran karbon aktif berkurang yang menyebabkan daya serap karbon aktif terhadap benzene yang bersifat non polar semakin bertambah [33].

## 2.5 Adsorpsi

Adsorpsi adalah suatu proses pemisahan terhadap suatu komponen atau zat pengotor (*impurity*) yang terkandung dalam fluida dengan cara mengontakkan fluida tersebut dengan adsorben padatan. Solut yang terserap pada permukaan padatan disebut adsorbat, sedangkan padatan penyerap disebut adsorben [34]. Keunggulan

metode adsorpsi adalah biaya murah, tingkat efisiensi yang tinggi, dan tidak menghasilkan produk samping berupa zat beracun [35].



**Gambar 2.5:** Adsorpsi oleh karbon aktif [36]

Berdasarkan perbedaan jenis gaya yang bekerja antara molekul-molekul fluida dengan molekul-molekul padatan, adsorpsi dapat diklasifikasikan menjadi 2, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Penyerapan adsorbat oleh adsorben pada adsorpsi fisika terjadi karena adanya formasi dari intermolekuler elektrostatis seperti gaya London atau gaya Van der Waals dari interaksi dipol-dipol atau disebabkan dari konfigurasi fisik dari adsorben seperti porositas karbon aktif. Sedangkan adsorpsi secara kimia disebabkan ada gaya tarik atau ikatan kimia sehingga adsorpsi kimia sering disebut adsorpsi teraktivasi [37].

Faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain [38]:

1. Suhu  
Kemampuan adsorpsi akan meningkat bila suhu menurun sehingga mengakibatkan bertambahnya jumlah molekul adsorbat.
2. Tekanan adsorbat  
Jenis adsorpsi akan mempengaruhi tekanan dan jumlah adsorbat yang diserap. Pada adsorpsi fisika, peningkatan tekanan adsorbat akan berpengaruh pada meningkatnya jumlah adsorbat yang diadsorpsi. Sebaliknya, pada adsorpsi kimia, jumlah molekul adsorbat akan menurun ketika tekanan adsorbat meningkat.
3. Jenis adsorbat  
Parameter yang berpengaruh yaitu ukuran molekul dan kepolaran zat. Diameter pori adsorbat harus lebih kecil daripada diameter pori adsorben agar proses adsorpsi dapat terjadi. Selain itu,

adsorben akan mengadsorpsi adsorbat yang memiliki tingkat kepolaran yang sama.

#### 4. Karakteristik adsorben

Pori adsorben yang semakin kecil akan menyebabkan luas permukaan semakin tinggi sehingga jumlah molekul yang teradsorpsi akan meningkat.

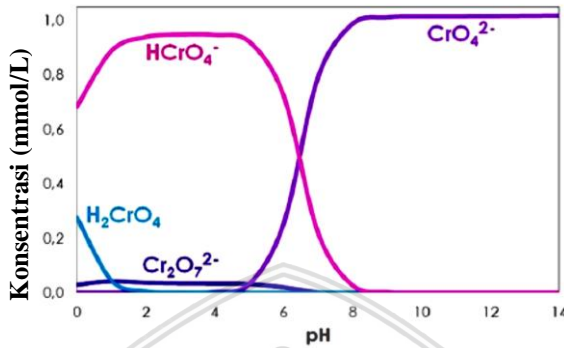
Studi adsorpsi karbon aktif yang dilakukan oleh Al Indis dan Ulfin (2013) menyebutkan bahwa karbon aktif yang terbuat dari tempurung biji nyamplung dengan aktivator  $H_2SO_4$  dapat mengadsorpsi ion Cr(VI) pada konsisi pH optimum 1 dengan presentase adsorpsi 20,95%, waktu kontak maksimum 150 menit dengan presentase adsorpsi 26,36%, dan konsentrasi ion Cr(VI) maksimum adalah 150 mg/L dengan kapasitas adsorpsi sebesar 0,376 mg/g [8].

## 2.6 Karakteristik Cr(VI)

Kromium (Cr) merupakan logam transisi yang tergolong dalam logam berat. Logam berat adalah logam yang memiliki berat molekul tinggi dan memberi pengaruh negatif jika masuk dan berikatan di dalam tubuh organisme. Cr mempunyai berat atom 51,996 g/mol, titik didih  $2672^\circ C$ , titik lebur  $1837-1877^\circ C$  tahan terhadap oksidasi suhu tinggi, dan bersifat paramagnetic. Senyawa kromium adalah senyawa kompleks berwarna. Di alam, Cr(VI) berada dalam bentuk berbeda-beda yaitu, dikromat ( $Cr_2O_7^{2-}$ ), hidrokromat ( $HCrO_4^-$ ), atau kromat ( $CrO_4^{2-}$ ) [38].

Pada sumber-sumber air dan limbah cair industri, kromium berada dalam bentuk Cr(III) dan Cr(VI) yang memiliki sifat berbeda. Cr(III) esensial bagi organisme, lebih stabil di air, dan toksisitas rendah. Berbeda dengan Cr(VI) yang bersifat sangat oksidatif dan mempunyai toksisitas yang tinggi [38]. Logam Cr dapat diperoleh dari bijihnya dengan mereaksikan kromit dengan leburan NaOH dan  $O_2$  sehingga Cr(III) teroksidasi menjadi bentuk Cr(VI) dalam bentuk kromatnya [39].

pH dan konsentrasi Cr(VI) mempengaruhi bentuk senyawa dan perbandingan spesi. Pengaruh pH pada spesi ditunjukkan pada **Gambar 2.6**



**Gambar 2.6:** Spesi Cr(VI) pada larutan [40].

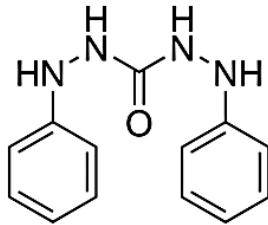
Hidrolisis Cr(VI) menghasilkan spesi anion dan netral, contohnya  $\text{H}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{HCrO}_4^-$  and  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Asam kromat mengalami 2 langkah deprotonasi membentuk ion  $\text{HCrO}_4^-$  (pH antara 1-6) dan ion  $\text{CrO}_4^{2-}$  (pH di atas 7). Hampir semua spesi Cr(VI) adalah anion dengan kelarutan yang tinggi, maka dari itu Cr(VI) mudah berpindah melalui tanah dan air [40].

## 2.7 Penentuan Cr(VI) secara spektrofotometri UV-Vis

### 2.7.1 Prinsip penentuan Cr(VI) dengan pereaksi difenilkarbazid

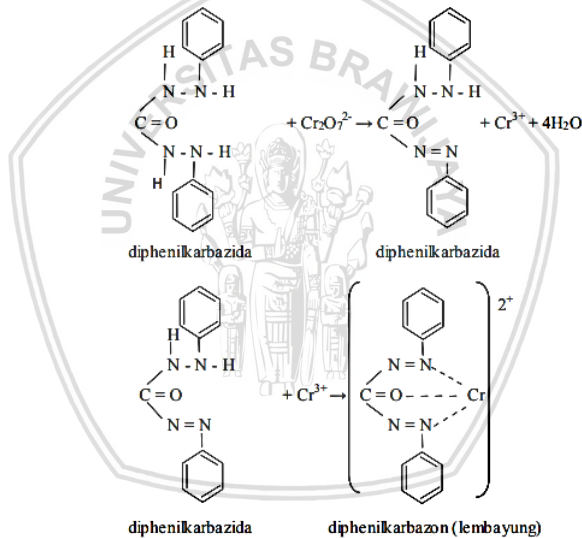
Prinsip penentuan Cr(VI) secara spektrofotometri yang didasarkan pada reaksi Cr(VI) dan difenilkarbazida dalam suasana asam menghasilkan senyawa kompleks dengan warna merah keunguan. Spektra diukur pada panjang gelombang maksimum 540 nm. Metode spektrofotometri menggunakan difenilkarbazida sangat sensitif dan selektif untuk analisis Cr(VI) pada konsentrasi yang kecil. Tujuan penambahan difenilkarbazida sebagai pereaksi adalah agar terbentuk molekul yang dapat menyerap sinar UV-Vis. Pereaksi yang digunakan ini harus memenuhi beberapa persyaratan yaitu: Reaksinya selektif, sensitif, cepat, kuantitatif dan reproduisibel, serta hasil reaksi stabil dalam jangka waktu yang lama [41]

1,5-Difenilkarbazida merupakan molekul dengan rumus  $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$  yang memiliki berat molekul 242,28 gram/mol. Struktur difenilkarbazida ditunjukkan pada **Gambar 2.7**.



**Gambar 2.7:** Struktur difenilkarbazida [42]

Reaksi antara difenilkarbazida dan Cr(VI) akan membentuk kompleks Cr-difenilkarbazida yang ditunjukkan pada **Gambar 2.8**.



**Gambar 2.8:** Reaksi kompleks difenilkarbazida [43]

Penelitian yang dilakukan oleh Jain, dkk (2004) menyebutkan bahwa adsorpsi Cr(VI) secara spektrofotometer UV-Vis diawali dengan membuat larutan stok Cr(VI) 1000 ppm dengan melarutkan 2,828 gram  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  pada 1000 mL air. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur absorbansi pada beberapa panjang gelombang. Panjang gelombang dengan nilai absorbansi tertinggi ditetapkan sebagai panjang gelombang maksimum. Penentuan kurva baku Cr(VI) dibuat dengan mengukur absorbansi

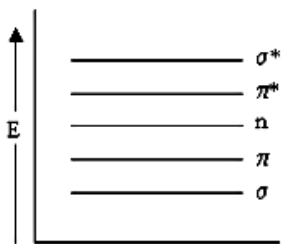
Cr(VI) pada beberapa konsentrasi. Konsentrasi yang digunakan yaitu 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 ppm. Persentase eliminasi Cr(VI) menurun seiring dengan meningkatnya pH. Efisiensi *removal* Cr(VI) maksimum sebesar 67,5% terjadi pada pH 2 [44].

Sedangkan, penelitian yang dilakukan oleh Andini (2017) menyebutkan bahwa panjang gelombang maksimum penentuan Cr(VI) dengan metode spektrofotometri UV-Vis adalah 540 nm yang diperoleh pengukuran absorbansi Cr(VI) pada konsentrasi 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 ppm dengan absorbansi yang diperoleh secara berturut-turut sebesar -0,082; 0,356 ; 0,379; 0,393; 0,669; dan 0,868 [45]

### 2.7.2 Prinsip dasar spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah pengukuran serapan cahaya di daerah ultraviolet (200-350 nm) dan sinar tampak (350-800 nm) oleh suatu senyawa. Serapan cahaya tersebut mengakibatkan adanya transisi elektronik. Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk memperoleh informasi materi meliputi jenis ikatan, struktur elektronik, analisis unsur dan cacat kristal sebuah material [46].

Spektrofotometer UV-Vis didasarkan pada interaksi antara energi (sinar monokromatis) dengan materi. Interaksi ini menyebabkan adanya transisi elektronik dari keadaan dasar dengan energi rendah ke keadaan tereksitasi dengan energi yang lebih tinggi [46]. Elektron molekul organik memiliki tingkat tereksitasi dalam 2 jenis yaitu phi bintang ( $\pi^*$ ) dan sigma bintang ( $\sigma^*$ ). Transisi elektronik dapat terjadi jika energi yang digunakan sesuai dengan jenis electron ikatan dan nonikatan yang ada dalam molekul organik [47]. Berdasarkan energi yang dibutuhkan, maka transisi dari  $\sigma$  ke  $\sigma^*$  membutuhkan energi yang paling besar. Hubungan antara energi yang dibutuhkan untuk eksitasi dari keadaan dasar ke keadaan transisi [48].



**Gambar 2.9:** Hubungan antara energi dan transisi elektron [48].



## 2.8 Karakterisasi Produk

### 2.8.1 Spektrofotometri Fourier Transform-Infrared (FT-IR)

Spektrofotometri FT-IR adalah teknik analisis yang didasarkan pada vibrasi molekul ketika menyerap sinar inframerah. Radiasi gelombang elektromagnetik spektrofotometer FT-IR berada pada rentang  $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ . Spektra FTIR merupakan plot intensitas (absorbansi atau % transmitansi). FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi [46].

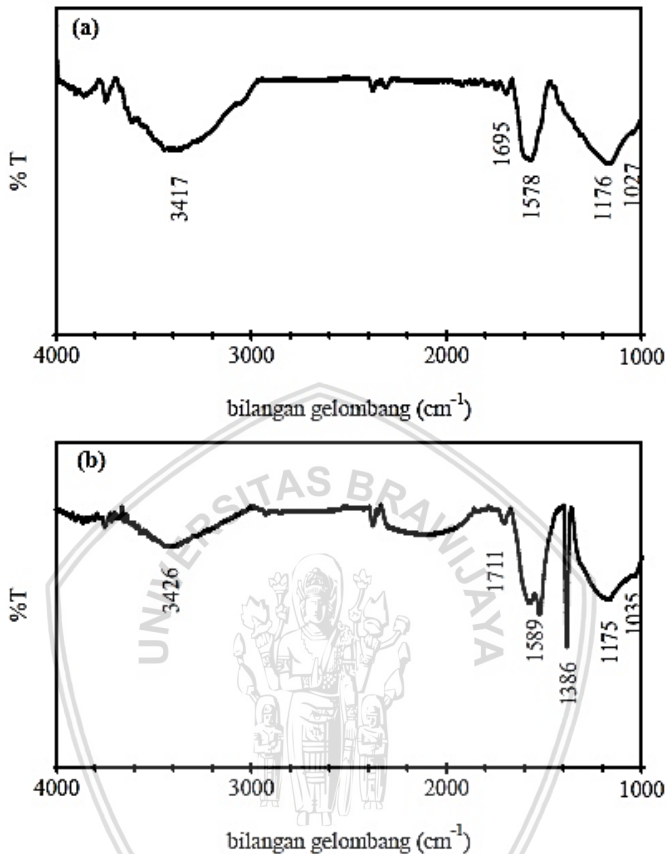
Persamaan di bawah ini menunjukkan hubungan antara bilangan gelombang dari vibrasi regangan ( $\nu$ ) terhadap konstanta gaya ikatan ( $f$ ) dan massa atom (gram) yang dihubungkan dengan ikatan ( $m_1$  dan  $m_2$ ) [49].

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{f(m_1 + m_2)} \quad (2.1)$$

Frekuensi vibrasi berbanding terbalik dengan massa atom sehingga vibrasi atom yang lebih berat terjadi pada frekuensi yang lebih rendah.

**Gambar 2.10** menunjukkan spektra gugus fungsi karbon aktif sebelum dan sesudah fungsionalisasi. Spektra gugus fungsi karbon aktif sebelum fungsionalisasi ditunjukkan dengan pita serapan yang lebar dan kuat pada daerah  $3417\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus O-H, pita serapan daerah  $1176\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus C-O ulur, pita serapan daerah  $1695\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus C=O yang khas pada asam karboksilat, dan pita serapan daerah  $1578\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C ulur aromatik [50].

Sedangkan, spektra gugus fungsi karbon aktif setelah difungsionalisasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ditunjukkan dengan pita serapan lebar dan kuat pada daerah  $3426\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus O-H, pita serapan pada daerah  $1175\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus C-O ulur, pita serapan daerah  $1711\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya C=O dari asam karboksilat, pita serapan daerah  $1589\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C ulur aromatik, dan pada daerah serapan  $1386\text{ cm}^{-1}$  yang tajam dan kuat menunjukkan adanya gugus S=O [50].

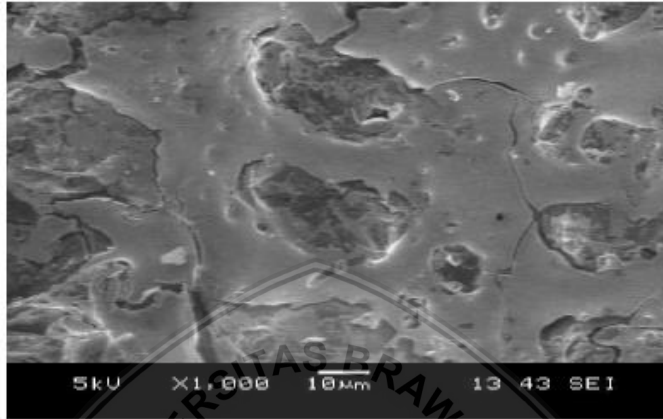


**Gambar 2.10:** Spektrum FTIR karbon aktif (a) tanpa fungsionalisasi (b) hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [50].

### 2.8.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk mempelajari morfologi dan topografi permukaan sampel. Prinsip kerja SEM adalah sinyal yang berasal dari emisi elektron sekunder dari suatu material yang ditembakkan sinar. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Elektron sekunder adalah elektron sampel yang memiliki energi terendah sehingga mampu mencapai detektor [51].

Penelitian yang dilakukan oleh Hariprasad (2016) menunjukkan struktur morfologi permukaan karbon aktif dari sekam padi dengan aktivasi kimia menggunakan KOH seperti pada **Gambar 2.11**



**Gambar 2.11:** Foto SEM karbon aktif dari sekam padi hasil aktivasi dengan KOH [24]



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari hingga April 2018.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik, pengaduk magnetik, FT-IR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* 8400S, *hot plate*, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) Phenom, Spektrofotometer UV-Vis 1601, oven, tanur *furnace* 6000 *Branstead Thermolyne*, dan peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah buah palem putri, KOH, difenil karbazida,  $K_2CrO_4$ , HCl 37% (Merck CAS-No : 7647-01-0),  $H_2SO_4$  96% (Merck CAS-No : 7664-93-9), dan akuades.

#### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan kegiatan, antara lain:

1. Karbon aktif dipreparasi dari buah palem putri
2. Aktivasi buah palem menggunakan larutan KOH
3. Fungsionalisasi karbon aktif dengan oksidasi menggunakan  $H_2SO_4$
4. Konsentrasi oksidator  $H_2SO_4$  dibatasi pada 1, 3, 5, 7, dan 9 M
5. Limbah Cr(VI) yang digunakan adalah limbah model, yaitu larutan Cr(VI) hasil preparasi
6. Analisis data

#### 3.4 Prosedur Penelitian

##### 3.4.1 Preparasi Prekursor

Buah palem putri dicuci, ditumbuk, dan dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada temperatur  $60^\circ C$ . Buah palem kering diayak 30-100 mesh.

### 3.4.2 Aktivasi Buah Palem dengan KOH

Buah palem putri kering direndam pada larutan KOH dengan perbandingan massa 1:3 [52]. Perendaman dilakukan selama 2 jam pada temperatur kamar, setelah itu diuapkan, kemudian endapan dikeringkan pada 105°C dan dikalsinasi pada 500°C selama 10 menit. Setelah itu dicuci dengan larutan HCl 1 M dan akuades hingga filtrat memiliki pH sama dengan akuades. Produk karbon aktif dikeringkan pada 105°C selama 6 jam.

### 3.4.3 Fungsionalisasi Karbon Aktif dengan Oksidasi

Karbon aktif direndam pada larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan perbandingan karbon dan asam sulfat adalah 1:4 (gram/mL) pada suhu 65°C selama 3 jam [52]. Setelah itu ditambahkan 500 mL akuades dan dikocok 24 jam untuk menghilangkan sisa asam sulfat yang tidak bereaksi. Karbon aktif hasil rendaman dicuci dengan aquades secukupnya hingga diperoleh pH sama dengan pH aquades. Karbon aktif hasil fungsionalisasi dikeringkan pada 50°C selama 1 hari.

### 3.4.4 Uji Adsorpsi

Pada uji adsorpsi Cr(VI) variasi konsentrasi oksidator H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, adsorben yang digunakan meliputi karbon aktif hasil fungsionalisasi pada berbagai variasi konsentrasi. Kontaminan yang digunakan adalah larutan Cr(VI). Sebanyak 0,1 g adsorben ditambah dengan 25 mL larutan kontaminan Cr(VI) 8 mg/L dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada temperatur kamar selama 24 jam. Setelah itu larutan disaring dan ditentukan secara spektrofotometri UV-Vis. Uji adsorpsi diulang 3 kali untuk tiap perlakuan.

Pada uji adsorpsi Cr(VI) variasi perlakuan, adsorben yang digunakan meliputi buah palem sebelum perlakuan, karbon aktif hasil aktivasi, karbon aktif hasil fungsionalisasi. Kontaminan yang digunakan adalah Cr(VI). Sebanyak 0,1 g adsorben ditambah dengan 25 mL larutan kontaminan Cr(VI) 8 mg/L dan diaduk dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada temperatur kamar selama 24 jam. Setelah itu larutan disaring dan ditentukan secara spektrofotometri UV-Vis. Uji adsorpsi diulang 3 kali untuk tiap perlakuan.

### 3.4.5 Analisis Cr(VI) Secara Spektrofotometri UV-Vis

Analisis Konsentrasi Cr(VI) secara spektrofotometri UV-Vis mengacu pada penelitian Ariyati (2004) [39].

#### 3.4.5.1 Penentuan $\lambda$ maksimum pada larutan Cr(VI) dengan spektrofotometer UV-Visible

15,0 mL Cr(VI) 10,0 mg/L, ditambahkan 0,8 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3M dan 1 mL difenilkarbazida 0,25%. Blanko berupa 0,8 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3M dengan 1 mL difenilkarbazida 0,25% dalam 15 mL akuades. Absorbansi diukur menggunakan spektrometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-600 nm.

#### 3.4.5.2 Pembuatan Kurva Baku Krom

Dibuat larutan Cr(VI) dengan konsentrasi 4, 6, 8, 10, 12 ppm sebanyak 15 mL. Ditambahkan 0,8 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3 M dan 1 mL difenilkarbazida 0,25%. Blanko berupa 0,8 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3 M dengan 1 mL difenilkarbazida 0,25% dalam 15 mL akuades. Diukur absorbansinya menggunakan spektrometer UV-Vis pada rentang 543 nm.

Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (mg/L) sebagai sumbu x dan nilai absorbansi sebagai sumbu y sehingga akan menghasilkan persamaan regresi linier yang sesuai dengan persamaan (G.1).

$$y = ax \quad (3.1)$$

#### 3.4.5.3 Penentuan Konsentrasi Cr(VI) Sebelum dan Sesudah Proses Adsorpsi pada $\lambda$ Maksimum

Filtrat yang diperoleh dari uji adsorpsi dipipet 15 mL. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M dan 2 mL larutan difenilkarbazida ditambahkan pada filtrat tersebut. Larutan dihomogenkan, kemudian Larutan didiamkan selama 5-10 menit dan diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada nilai panjang gelombang maksimum.

### 3.4.6 Analisis Data

#### 3.4.6.1 Penentuan Limbah Cr(VI) yang Teradsorpsi

Tahap analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui limbah Cr(VI) yang

terserap oleh karbon aktif palem. Presentase limbah Cr (VI) teradsorpsi dihitung dengan **persamaan 3.2**:

$$\% \text{ Cr(VI) teradsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

$C_o$  = konsentrasi limbah Cr(VI) sebelum adsorpsi (ppm)

$C_s$  = konsentrasi limbah Cr(VI) sesudah adsorpsi (ppm)

Selain dengan bentuk % teradsorpsi, kadar Cr(VI) teradsorpsi juga dapat dihitung dengan menggunakan **persamaan 3.3**:

$$\text{Kadar krom teradsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times V}{w} \text{ mg/g} \quad (3.3)$$

Keterangan:

$C_o$  = Konsentrasi limbah Cr(VI) sebelum adsorpsi (ppm)

$C_s$  = Konsentrasi limbah Cr(VI) sesudah adsorpsi (ppm)

$V$  = Volume larutan total limbah Cr(VI) (L)

$W$  = Massa adsorben (karbon aktif) (g)

### 3.4.7 Uji Statistika

#### 3.4.7.1 Uji F

Uji F adalah uji yang digunakan untuk mengetahui adanya perbedaan rata-rata atau nilai tengah pada data dengan menggunakan standar nilai F sebagai pembanding. Apabila terdapat adanya perbedaan, maka dilakukan Uji Beda Nyata Terkecil (BNT). Pola analisis uji F disajikan pada Tabel 3.1.

**Tabel 3.1:** Pola analisis uji F

Perlakuan	Ulangan			Total	Rata- rata
	1	2	3		
A	$Y_{11}$	$Y_{14}$	$Y_{13}$		
B					
C					
Total			$Y_{12}$		

Jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak, berarti terdapat perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT).

#### 3.4.7.2 Uji BNT

Uji BNT digunakan untuk mengetahui perbedaan rata-rata suatu data atau nilai tengah yang dihasilkan melalui persamaan (3.4):

$$\text{BNT}(\alpha) = t_{\text{tabel}}\left(\frac{\alpha}{2}, \text{dBg}\right) \frac{\sqrt{2\text{KTg}}}{r} \quad (3.4)$$

keterangan :

KTg = kuadrat tengah galat yang diperoleh dari analisa ragam

$\alpha$  = taraf nyata

r = banyaknya pengulangan

t = nilai yang diperoleh dari *tabel t-student* pada taraf nyata ( $\alpha$ )

Dari nilai Uji BNT yang diperoleh dapat ditarik kesimpulan, yaitu jika  $\text{BNT}(\alpha) < (X_A - X_B)$  menunjukkan adanya perbedaan dan jika  $\text{BNT}(\alpha) > (X_A - X_B)$  menunjukkan tidak adanya beda nyata.





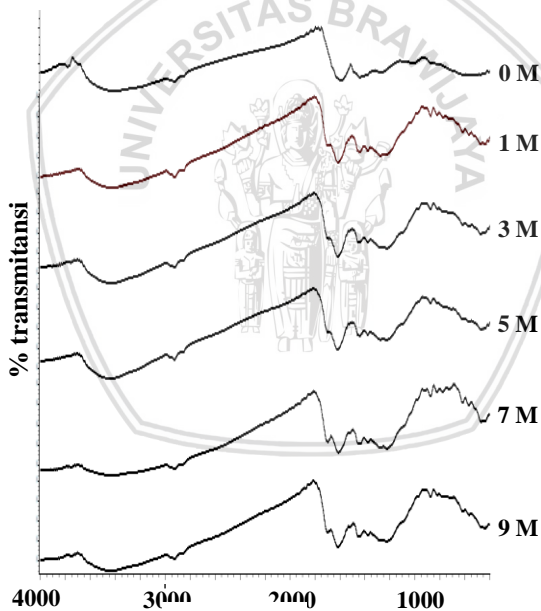


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Pengaruh variasi konsentrasi oksidator $\text{H}_2\text{SO}_4$ terhadap gugus fungsi permukaan dan adsorpsi Cr(VI)

#### 4.1.1 Pengaruh terhadap gugus fungsi permukaan

Karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR telah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi permukaan karbon aktif. Uji dengan spektrofotometri FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi pengaruh fungsionalisasi karbon aktif pada berbagai konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  terhadap kemungkinan pergeseran bilangan gelombang dan perubahan ketajaman pita spektra pada karbon aktif (**Gambar 4.1**). Interpretasi spektra terdapat pada **Tabel 4.1**.



**Gambar 4.1:** Spektra FTIR karbon aktif dari buah palem hasil oksidasi pada berbagai konsentrasi larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$

**Tabel 4.1:** Interpretasi spektra IR adsorben variasi konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )						Spektra Pemanding		
0 M	1 M	3 M	5 M	7 M	9 M	$\nu$	Jenis vibrasi	Referensi
3408	3424	3426	3424	3403	3424	3426	Regangan O-H	[50]
-	1701	1701	1701	1698	1701	1711	Regangan C=O	[50]
1592	1615	1615	1622	1613	1619	1589	C=C ulur aromatik	[50]
1439	1443	1439	1443	1439	1455	1475-1300	C-H bending	[48]
1265	1229	1223	1227	1223	1225	1175	Regangan C-O	[50]
-	1377	1377	1377	1373	1374	1386	Regangan S=O	[50]

Spektra inframerah pada **Gambar 4.1** yang diinterpretasi pada **Tabel 4.1** menunjukkan adanya variasi konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang menyebabkan pergeseran bilangan gelombang dan perubahan ketajaman pita. Spektra karbon aktif menunjukkan serapan O-H yang bersifat asam pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan daerah 1500 cm<sup>-1</sup> terkait C=C ulur aromatik meningkat ketajamannya karena oksidasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Hal ini dikarenakan meningkatnya ketidaksimetrian aromatik akibat meningkatnya gugus fungsi oksida pada permukaan karbon aktif. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Wibowo (2011), proses karbonisasi dan aktivasi karbon akan membentuk ikatan C=C aromatik. Proses tersebut akan meningkatkan senyawa aromatik yang merupakan struktur penyusun heksagonal karbon dan karbon aktif [54].

Pita serapan daerah 1600 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya regangan C=O yang khas pada asam karboksilat mulai muncul pada spektra karbon aktif dengan penambahan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang berperan sebagai oksidator mampu mengoksidasi permukaan karbon aktif sehingga muncul gugus fungsi C=O. Gugus C=O (karbonil) merupakan gugus khas yang terdapat pada karbon aktif dan menunjukkan terbentuknya zat aktif karbon [53]. Gugus ini diperkuat dengan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1200 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus C-O. Serapan pada bilangan gelombang sekitar 1380 cm<sup>-1</sup> terkait gugus S=O muncul akibat terbentuknya gugus

sulfonat ( $\text{SO}_3^-$ ) pada permukaan karbon aktif akibat reaksi permukaan karbon aktif dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Secara kualitatif, analisis menggunakan FTIR telah mampu mengidentifikasi kehadiran gugus-gugus fungsi yang mengandung oksigen. Pola serapan karbon aktif yang dihasilkan memiliki jenis ikatan OH, C-H, C-O, C=C dan C=O. Keberadaan gugus fungsi yang mengandung oksigen menunjukkan bahwa karbon aktif yang dihasilkan cenderung bersifat lebih polar (Wibowo dkk, 2011). Dengan demikian arang aktif yang dihasilkan dapat digunakan sebagai adsorben zat yang cenderung polar.

Selain karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR, titrasi Boehm juga dilakukan sebagai karakterisasi pendukung pada karbon aktif untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada spektra inframerah. Karbon aktif yang diuji dengan titrasi Boehm adalah karbon aktif yang memiliki nilai adsorpsi tertinggi yaitu karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M.

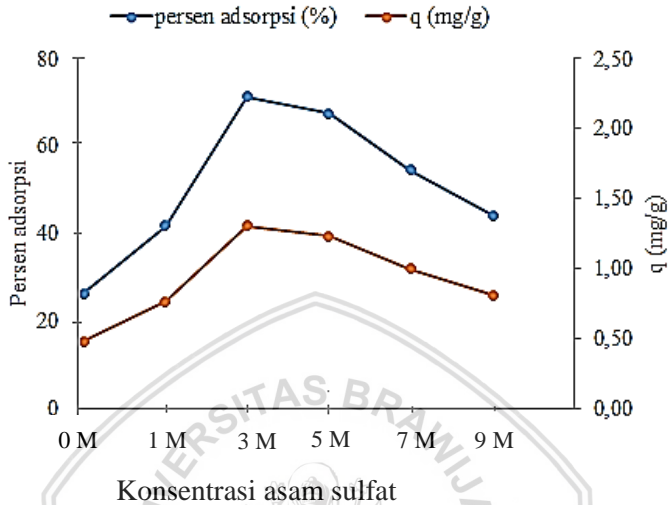
Gugus asam yang dapat diketahui dari titrasi Boehm adalah karboksil, lakton, dan fenol. Berdasarkan hasil titrasi Boehm, total gugus asam diketahui sebesar 0,35 meq per 0,2 gram karbon aktif, sedangkan gugus basa tidak teridentifikasi (meq basa=0). Hasil titrasi Boehm mengindikasikan bahwa karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M bersifat asam karena total gugus asam lebih besar daripada gugus basa.

#### 4.1.2 Pengaruh terhadap adsorpsi Cr(VI)

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada adsorpsi karbon aktif terhadap Cr(VI). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, nilai adsorpsi karbon aktif terhadap Cr(VI) digambarkan pada **Gambar 4.2** sesuai dengan data adsorpsi pada **Lampiran D.1**. Hasil uji adsorpsi merupakan rata-rata dari pengulangan 3 data (triplo).

**Gambar 4.2** menunjukkan persen adsorpsi karbon aktif terus mengalami kenaikan hingga mencapai titik optimum yaitu pada karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M dan kemudian mengalami penurunan pada konsentrasi 5 M hingga 9 M. Persen adsorpsi yang merupakan penurunan konsentrasi awal dan akhir dibagi dengan konsentrasi awal sebanding dengan nilai q yang dihasilkan oleh masing-masing adsorben. Nilai q yang merupakan jumlah mg Cr(VI) yang diserap tiap 1 gram karbon aktif mengalami

kenaikan dan mencapai titik maksimum pada karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M.



**Gambar 4.2:** Nilai adsorpsi Cr(VI) oleh karbon aktif dari buah palem hasil oksidasi pada berbagai konsentrasi larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Hasil uji F (ANOVA) pada taraf nyata (alpha) sebesar 5% (**Lampiran F.1**) menunjukkan bahwa  $F_{hitung} (470) > F_{tabel} (3,48)$ , sehingga dapat disimpulkan bahwa karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  variasi konsentrasi (0, 1, 3, 5, 7, 9 M) berpengaruh signifikan terhadap nilai q, sehingga syarat uji lanjutan terpenuhi dan dapat dilakukan uji BNT.

Nilai BNT yang diperoleh pada taraf nyata 5% adalah 0,079. Hasil uji BNT (**Lampiran F.1**) menunjukkan bahwa karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0 M berbeda signifikan terhadap karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M, begitupun dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  9 M yang berbeda signifikan dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  7 M dan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  7 M yang berbeda signifikan dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 M.

Sedangkan, karena nilai selisih rata-rata kurang dari nilai BNT, karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M dinyatakan tidak berbeda signifikan dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  9 M, begitupun dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 M dinyatakan tidak berbeda signifikan dengan karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M.

Menurut uji BNT, perlakuan terbaik dinyatakan pada karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M karena memberikan nilai rata-rata paling besar.

Hasil uji adsorpsi menunjukkan bahwa nilai adsorpsi karbon aktif terus mengalami kenaikan dari konsentrasi 0 M hingga konsentrasi 3 M. Berdasarkan spektra inframerah pada **Gambar 4.1**, terlihat perubahan yang signifikan pada karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0 M dan 1 M. Perubahan tersebut diidentifikasi berupa munculnya pita serapan  $\text{C}=\text{O}$  pada bilangan gelombang sekitar  $1700\text{ cm}^{-1}$ . Gugus ini berpengaruh pada meningkatkan kepolaran karbon aktif karena adanya perbedaan keelektronegatifan kedua atom yang cukup besar. Adanya gugus fungsi yang mengandung oksigen pada permukaan karbon aktif akan meningkatkan polaritas karbon aktif dan membuatnya lebih hidrofilik. Keadaan tersebut akan meningkatkan adsorpsi dari ion-ion larutan yang bersifat polar

Hal itu didukung oleh penelitian Wibowo (2013) bahwa  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang ditambahkan pada karbon aktif akan mengakibatkan meningkatnya gugus asam yaitu gugus karboksil dan lakton. Peningkatan gugus karboksil dan lakton ini menyebabkan kepolaran karbon aktif meningkat [40].  $\text{Cr}(\text{VI})$  dalam bentuk  $\text{HCrO}_4^-$  merupakan senyawa polar, sehingga interaksi polar-polar antara karbon aktif dan  $\text{Cr}(\text{VI})$  semakin kuat seiring dengan meningkatnya gugus fungsi yang mengandung oksigen akibat penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Namun, setelah mencapai keadaan optimum pada konsentrasi 3 M, nilai adsorpsi  $\text{Cr}(\text{VI})$  menurun pada karbon aktif hasil oksidasi 5, 7, dan 9 M. Spektra inframerah pada **Gambar 4.1** tidak menunjukkan perubahan pita serapan yang signifikan, sehingga dimungkinkan ada faktor lain yang berpengaruh pada sifat kimia karbon aktif akibat penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konsentrasi tinggi.

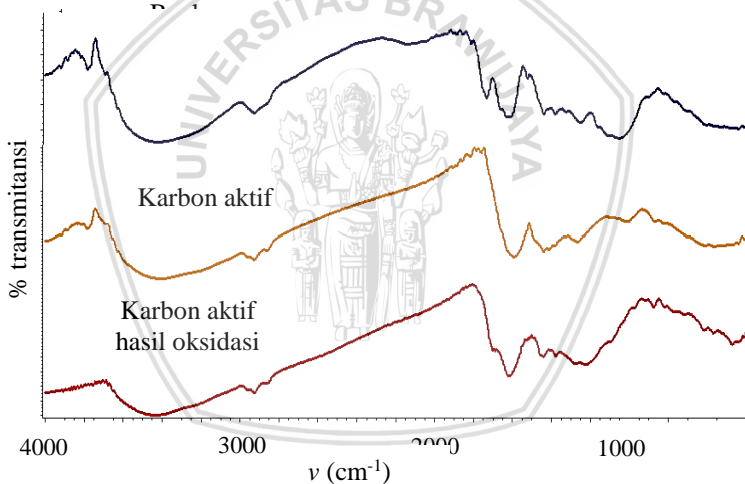
Wibowo (2013) dalam penelitian lainnya menyebutkan bahwa konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang tinggi akan menyebabkan gugus basa berupa pyrone berkurang. Hal ini dikarenakan gugus basa akan bereaksi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sehingga bersifat netral. Pyrone merupakan gugus basa yang bersifat sangat polar dan berpengaruh besar pada kepolaran karbon. Meskipun jumlah gugus karboksil dan lakton yang bersifat polar meningkat, peningkatan gugus tersebut tidak dapat mengimbangi berkurangnya kepolaran karbon aktif akibat menurunnya jumlah gugus pyrone [40]. Hal inilah yang menyebabkan pada konsentrasi di atas 3 M, adsorpsi karbon aktif terhadap  $\text{Cr}(\text{VI})$

menurun seiring dengan berkurangnya kepolaran karbon aktif akibat penurunan jumlah basa pyrone.

## 4.2 Pengaruh variasi perlakuan adsorben terhadap gugus fungsi permukaan dan adsorpsi Cr(VI)

### 4.2.1 Pengaruh terhadap gugus fungsi permukaan

Karakterisasi dengan spektrofotometri FTIR telah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi permukaan karbon aktif. Uji dengan spektrofotometri FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi pengaruh perlakuan (aktivasi dan oksidasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) terhadap kemungkinan pergeseran bilangan gelombang dan perubahan ketajaman pita spektra (**Gambar 4.3**). Interpretasi spektra terdapat pada **Tabel 4.3**.



**Gambar 4.3:** Spektra FTIR buah palem, karbon aktif, dan karbon aktif hasil oksidasi

**Tabel 4.3:** Interpretasi spektra IR adsorben variasi perlakuan

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )			Spektra Pemandang		
Palem	Karbon aktif	Karbon aktif hasil oksidasi	$\nu$	Jenis vibrasi	Referensi
3412	3408	3426	3426	Regangan O-H	[50]
1732	-	1701	1711	Regangan C=O	[50]
1613	1592	1615	1589	C=C ulur aromatik	[50]
1439	1439	1439	1475-1300	C-H	[48]
1259	1265	1223	1175	Regangan C-O	[50]
-	-	1377	1386	Regangan S=O	[50]

Spektra inframerah pada **Gambar 4.3** yang diinterpretasi pada **Tabel 4.3** menunjukkan pita serapan daerah 1500 cm<sup>-1</sup> terkait C=C ulur aromatik yang meningkat ketajamannya karena oksidasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Hal ini dikarenakan meningkatnya ketidaksimetrian aromatik akibat meningkatnya gugus fungsi oksida pada permukaan karbon aktif. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Wibowo (2011), proses karbonisasi dan aktivasi karbon akan membentuk ikatan C=C aromatik di sekitar bilangan gelombang 1558-1580 cm<sup>-1</sup>. Proses tersebut akan meningkatkan senyawa aromatik yang merupakan struktur penyusun heksagonal karbon dan karbon aktif [54].

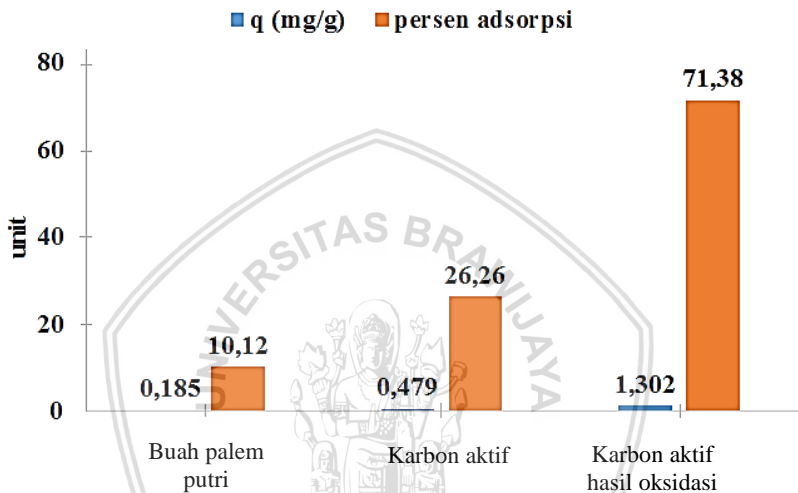
Spektra karbon aktif menunjukkan serapan O-H yang bersifat asam pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan daerah 1600 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya regangan C=O yang khas pada asam karboksilat (karbonil). Gugus C=O (karbonil) merupakan gugus khas yang terdapat pada karbon aktif dan menunjukkan terbentuknya zat aktif karbon [53]. Gugus ini diperkuat dengan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1200 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus C-O. Serapan pada bilangan gelombang sekitar 1380 cm<sup>-1</sup> terkait gugus S=O muncul akibat terbentuknya gugus sulfonat (SO<sup>3-</sup>) pada permukaan karbon aktif akibat reaksi permukaan karbon aktif dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Pola serapan karbon aktif yang dihasilkan memiliki jenis ikatan OH, C-H, C-O, dan C=C. Keberadaan gugus OH dan C-O menunjukkan bahwa karbon aktif yang dihasilkan cenderung bersifat lebih polar. Dengan demikian arang aktif yang dihasilkan dapat digunakan sebagai adsorben zat yang cenderung polar [54].



#### 4.2.2 Pengaruh terhadap adsorpsi Cr(VI)

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh perlakuan berupa aktivasi dan oksidasi  $H_2SO_4$  pada adsorpsi adsorben terhadap Cr(VI). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, nilai adsorpsi berbagai adsorben terhadap Cr(VI) digambarkan pada Gambar 4.4 sesuai dengan data adsorpsi pada Lampiran D.3



**Gambar 4.4:** Grafik hubungan nilai adsorpsi terhadap adsorben berbagai perlakuan

**Gambar 4.4** menunjukkan bahwa karbon aktif memiliki nilai  $q$  dan persen adsorpsi yang lebih tinggi dibanding buah palem putri. Karbon aktif merupakan buah palem putri yang mengalami pirolisis dan diaktivasi menggunakan larutan KOH. Peningkatan jumlah Cr(VI) yang diserap oleh karbon aktif ini disebabkan karena karbon aktif memiliki luas permukaan yang besar dan berpori. Menurut Wulandari (2012), aktivasi adalah suatu proses bertujuan untuk mengubah memperbesar luas permukaan karbon aktif dengan cara memecah ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul permukaan sehingga hidrokarbon memiliki perubahan sifat baik fisika atau kimia [25]. Pori-pori pada permukaan karbon yang terbuka akibat pemanasan dan aktivasi KOH menyebabkan peningkatan jumlah

Cr(VI) yang yang diserap 2x lebih banyak daripada adsorben buah palem putri.

Nilai adsorpsi karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M meningkat 3x lipat dibanding karbon aktif tanpa fungsionalisasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Hal ini dikarenakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang ditambahkan pada karbon aktif akan mengakibatkan meningkatnya gugus fungsi seperti gugus karboksil dan lakton. Peningkatan gugus karboksil dan lakton ini menyebabkan kepolaran karbon aktif meningkat [40]. Cr(VI) dalam bentuk  $\text{HCrO}_4^-$  merupakan senyawa polar, sehingga interaksi polar-polar antara karbon aktif dan Cr(VI).

Meningkatnya nilai adsorpsi pada karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M menurut spektra inframerah pada **Gambar 4.3** disebabkan munculnya pita serapan C=O pada bilangan gelombang sekitar  $1700 \text{ cm}^{-1}$ . Gugus inilah yang akan meningkatkan kepolaran karbon aktif karena adanya perbedaan elektronegativitas yang cukup besar anatar atom O dan atom C.

Reaktivitas gugus-gugus yang mengandung oksigen umumnya disebabkan oleh perbedaan elektronegativitas antara oksigen dan karbon atau atom hidrogen. Afinitas oksigen yang tinggi menyebabkan oksigen lebih elektronegatif dibandingkan dengan atom karbon dan hidrogen, sehingga oksigen bermuatan parsial negatif dan kaya elektron, sedangkan atom-atom lain menjadi miskin electron dan menghasilkan muatan parsial positif. Perbedaan elektronegatifitas pada gugus fungsi yang mengandung oksigen meningkatkan polaritas ikatannya. Oleh karena itu, keberadaan gugus fungsi yang mengandung oksigen pada permukaan karbon aktif akan meningkatkan polaritas karbon aktif dan membuatnya lebih hidrofilik. Keadaan tersebut akan meningkatkan adsorpsi dari ion-ion larutan elektrolit.

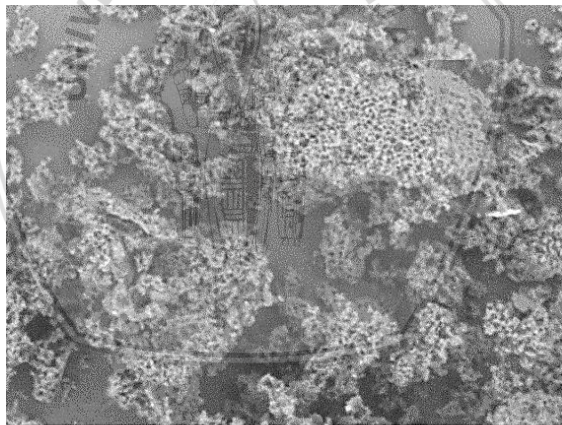
Hasil uji F (ANOVA) pada taraf nyata (alpha) sebesar 1% (**Lampiran F.2**) menunjukkan bahwa  $F_{\text{hitung}} (192,5) > F_{\text{tabel}} (13,3)$ , sehingga dapat disimpulkan bahwa adsorben berupa buah palem putri, karbon aktif, dan karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M berpengaruh sangat signifikan terhadap nilai  $q_e$ , sehingga syarat uji lanjutan terpenuhi dan dapat dilakukan uji BNT.

Hasil uji BNT (**Lampiran F.2**) menunjukkan bahwa nilai BNT yang diperoleh pada taraf nyata 1% adalah 0,092. Sehingga dapat diperoleh informasi bahwa buah palem putri, karbon aktif, dan karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M berbeda sangat signifikan satu

sama lain karena memiliki notasi yang berbeda antar perlakuannya. Perlakuan terbaik terjadi pada karbon aktif hasil oksidasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M karena memberikan nilai rata-rata paling besar.

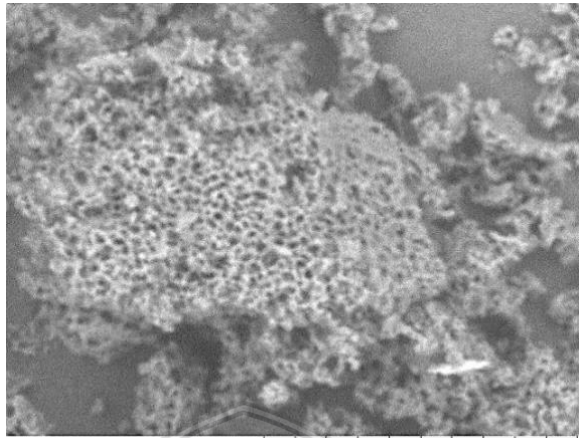
#### 4.3 Morfologi permukaan karbon aktif hasil oksidasi

Morfologi permukaan karbon aktif hasil fungsionalisasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M diamati dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 4.5**. Foto SEM (**Gambar 4.5**) menunjukkan karbon aktif yang berpori dan berongga-rongga. Rongga yang tampak merupakan pori berukuran besar (makropori). Pori pada permukaan karbon aktif yang menjadi faktor penting pada adsorpsi Cr(VI) karena adsorbat Cr(VI) akan teradsorpsi oleh karbon aktif melalui pori-pori. Adsorpsi paling kuat terjadi ketika ukuran pori-pori adsorben cukup besar sehingga memungkinkan molekul adsorbat untuk masuk



UMM9608 2018/04/23 10:53 FL D4,2 x1,8k 50 um

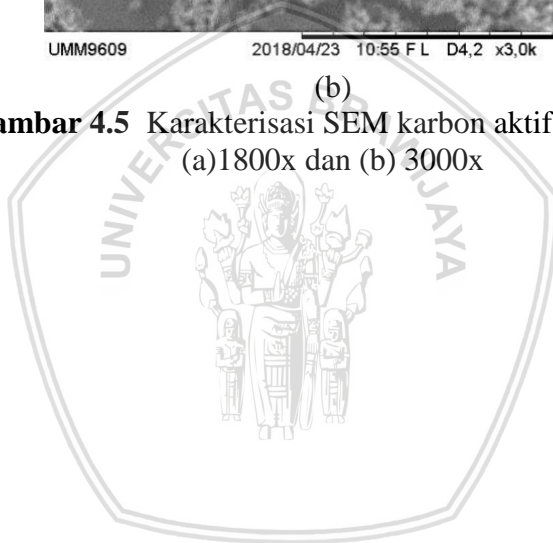
(a)



UMM9609 2018/04/23 10:55 F L D4,2 x3,0k 30 um

(b)

**Gambar 4.5** Karakterisasi SEM karbon aktif perbesaran (a)1800x dan (b) 3000x



## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Peningkatan konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada oksidasi karbon aktif berbanding lurus dengan nilai adsorpsi Cr(VI) hingga konsentrasi 3 M. Nilai adsorpsi tertinggi dicapai sebesar  $71,38 \pm 0,088\%$  ( $1,302 \pm 0,002$  mg/g).
2. Fungsionalisasi karbon aktif dengan oksidasi menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dapat meningkatkan nilai adsorpsi Cr(VI) 3 kali lipat dibandingkan dengan nilai adsorpsi karbon aktif (26,26%) dan 7 kali lipat dibandingkan sebelum aktivasi (10,12%)
3. Berdasarkan karakterisasi dengan SEM, morfologi karbon aktif hasil fungsionalisasi dengan asam sulfat 3M adalah berongga-rongga.

### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian, disarankan untuk melakukan karakterisasi lain sebagai pendukung karakterisasi, seperti karakterisasi porositas karbon. Disarankan untuk menggunakan jenis oksidator lain pada proses fungsionalisasi karbon aktif serta memodifikasi karbon menjadi komposit agar fungsi adsorpsi terhadap Cr(VI) dapat meningkat. Selain itu, perlu dilakukan uji coba adsorpsi dengan adsorbat lain dan adsorpsi Cr(VI) pada konsentrasi lebih tinggi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Baryatik, P., 2016, **Pemanfaatan Arang Aktif Ampas Kopi sebagai Adsorben Logam Kromium (Cr) pada Limbah Cair Batik (Studi Kasus Industri Batik UD. Pakem Sari Desa Sumberpakem Kecamatan Sumberjambe Kabupaten Jember)**, *Artikel Ilmiah Hasil Penelitian Mahasiswa 2016*
- [2] Wardhani, E., Dirgawati, M., dan Alvina, I. F., 2013, **Kombinasi Proses Presipitasi dan Adsorpsi Karbon Aktif dalam Pengolahan Air Limbah Industri Penyamaan Kulit, Lingkungan Tropis**, vol. 7, no. 1, pp. 39-52.
- [3] Wicaksono, D. R. dan Mirwan, A. A., 2012, **Upaya Penurunan Kadar Merkuri di dalam Media Air Menggunakan Adsorben 2-Mercaptobenzothiazole (MBT)-Lempung Aktif**, vol. 1, no. 1, pp. 50 – 56.
- [4] Islamiyah, S. N. dan Koestari, T., 2014, **Penggunaan Karbon Aktif Granular sebagai Adsorben Logam Cu(II) dari Air Laut Kenjeran**, *UNESA Journal of Chemistry*, vol. 3, no. 3, pp 164-169.
- [5] Shenjun, M. dan Holcombe, J.A., 1990, **Preconcentration of Copper on Algae and Determination by Slurry Furnace Atomic Absorption Spectrometry**, *Jurnal Kimia Mulawarman*, vol. 62, no. 2, pp. 1994-1997.
- [6] Bansal, C. R., Donnet, J.B., dan Stoecli, F., 1988, **Activated Carbon**, Marcel Dekker Inc, New York.
- [7] Utama, S., Kristianto, H., dan Andreas, A., 2016, **Adsorpsi Ion Logam Kromium (Cr(VI)) Menggunakan Karbon Aktif dari Bahan Baku Kulit Salak**. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*.

- [8] Al Indis, N. dan Ulfin, I., 2013, **Adsorpsi Ion Cr(VI) Menggunakan Karbon Aktif yang Terbuat dari Tempurung Biji Nyamplung**, *Jurnal Sains dan Seni Pomits*.
- [9] Asrijal, Chadijah, S., dan Aisyah, **Variasi Konsentrasi Aktivator Asam Sulfat H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Pada Karbon Aktif Ampas Tebu Terhadap Kapasitas Adsorpsi Logam Timbal**, Kimia FMIPA UIN Alaudin, Makassar.
- [10] Tripathi, M., Sahu, J. N., dan Ganesan, P., 2016, **Effect of Process Parameters on Production of Biochar from Biomass Waste through Pyrolysis: A Review**, *Renewable and Sustainable Energy Review* 55, pp 467-481
- [11] Prayogo, C., Lestari, N. D., dan Wicaksono, K. S., 2012, **Karakteristik dan Kualitas Biochar dari Pyrolysis Biomassa Tanaman Bio Energi Willo (Salix sp)**, *Buana Sains*, vol. 12, no. 2, pp. 9-18
- [12] McDougall, G.J., 1991, **The Physical Nature and Manufacture of Activated Carbon**, *Journal of the South African Institute of Mining and Metallurgy*, vol. 91, no. 4, pp. 109-120.
- [13] Sricharoenchaikal, V., Pechyen, C., Ahl-ong, D., dan Atong, D., 2007, **Preparation and Characterization of Activated Carbon from the Pyrolysis of Physic Nut (Jatropha curcas L.)**, *Waste Energy*, 22, 31-37.
- [14] Sudibandriyo, M., 2003, **A Generalized Ono-Kondo Lattice Model for High Pressure on Carbon Adsorbent**, *Disertasi*, Oklahoma State University, Oklahoma.
- [15] Pujiyanto, 2010, **Pembuatan Karbon Aktif Super dari Batubara dan Tempurung Kelapa**, Tesis, Universitas Indonesia, Depok.
- [16] Othmer, K., 1992, **Encyclopedia of Chemical Technology: Bearing Materials to Carbon**, John Wiley and Sons Inc, USA.

- [17] Hariprasad, Sivaraj, R., dan Aniz, 2016, **Preparation and Characterization of Activated Carbon from Rice Husk**, *International Research Journal of Engineering and Technology*, vol. 3, no. 4, pp. 551-552
- [18] Manocha, S., 2003, **Porous carbon**, Vols. 28(1-2): 335-348.
- [19] Setyadhi, L., Wibowo, D., Ismadji, S., 2015, **Modifikasi Sifat Kimia Permukaan Karbon Aktif Dengan Asam Oksidator dan Non-oksidator serta Aplikasinya Terhadap Adsorpsi Methylene Blue**, *The 4<sup>th</sup> National Conference: Design and Application of Technology*.
- [20] Bhatnagar, A., 2016, **An Overview of The Modification Methods of Activated Carbon for Its Water Treatment Application**.
- [21] Shen, W., Lie,z., dan Liu, Y., 2008, **Surface Chemical Functional Groups Modification of Porous Carbon**, *Recent Patents on Chemical Engineering*, vol. 1, pp. 27-40.
- [22] Pohan, H., 1993, **Prospek Penggunaan Karbon Aktif Dalam Industri**, Warta IHP, Bogor.
- [23] Jamilatun, S., Salamah, S., dan Isparulita., 2015, **Karakteristik Arang Aktif dari Tempurung dengan Pengaktivasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Variasi Suhu dan Waktu**, *Chemica*, vol. 2, no. 1., pp. 13-19
- [24] Ketaren, S, 1986, **Minyak dan Lemak Pangan**, UI Press, Jakarta.
- [25] Wulandari, 2012, **Pengaruh Temperatur Pengeringan pada Aktivasi Arang Tempurung Kelapa dengan Asam Klorida dan Asam Fosfat untuk Penyaringan Air Keruh**, 289-293
- [26] Teng, H., Lin, Y. C., dan Hsu, L. H., 2000, **Production of Activated Carbons from Pyrolysis of Waste Tires Impregnated with Potassium Hydroxide**, Department of



Chemical Engineering, National Cheng, Air & Waste Manage. Assoc, 50:1940-1946.

- [27] Apriani, R., Faryuni, I. D., dan Wahyuni, D., 2013, **Pengaruh Konsentrasi Aktivator Kalium Hidroksida (KOH) terhadap Kualitas Karbon Aktif Kulit Durian sebagai Adsorben Logam Fe pada Air Gambut**, *Prisma Fisika*, vol. 1, no. 2, pp. 82 – 86.
- [28] Dai, Q., Lam, M., Swanson, S., Rui-Hui R., Delia J.M., Topuria, T., Pierre-Olivier J., dan Nelson, A., 2010, **Monodispere Cobalt Ferrite Nanomagnets with Uniform Silica Coatings**, *Langmuir*, vol. 26, pp: 17546-17551
- [29] Stephenson, J.J., Hudson, J. L., Azad, S., dan Tour, J. M., 2006, **Individualized Single Walled Carbon Nanotubes from Bulk Material Using 96% Sulfuric Acid as Solvent**, *Chem. Mater*, 18, 374-377
- [30] Andreas, A., Ryan., dan Koleangan, A. .A., **Sintesis dan Modifikasi Karbon Aktif dari Limbah Kulit Pisang untuk Aplikasi sebagai Adsorben Zat Warna**, Universitas Katalik Parahyangan.
- [31] Lee, D., 2013, **Preparation of a Sulfonated Carbonaceous Materail from Lignosulfonate and Its Usefulness as an Esterification Catalyst**, *Molecules*, 18, ISSN 1420-3049
- [32] Wibowo, N., Setiawan, J., dan Ismadji, S., 2004, **Modifikasi Gugus Aktif Suatu Karbon Aktif dan Karakterisasinya**, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, vol. 1, no. 3, pp. 39-46
- [33] Wibowo, N., Setiawan, J., dan Ismadji, S., 2004, **Adsorpsi Benzene Pada Karbon Aktif: Peranan Sifat Kimia Permukaan Karbon**, *Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono*, Surabaya.
- [34] Seader, J.D., dan Henley, E.J, 1998, **Separation Process Principles**, John Wiley & Sons Inc, New York.

- [35] Anggrenistia, F., Wahyuni, N., dan Zaharah, T. A., 2015, **Adsorpsi Ion Logam Zn(II) menggunakan Biomassa Chlorella sp. yang Diimobilisasi pada Silika Gel**, *JKK*, vol. 4, no. 3, pp. 94-99
- [36] Capital Carbon, 2011, **What is Activated Carbon?**, <http://capitalcarbon.in/process.html>, diakses 15 Januari 2018
- [37] Fletcher, A., 2008 **Porosity and Sorption Behaviour**, <http://personal.strath.ac.uk/ashleigh.fletcher/adsorption.htm> diakses tanggal 20 Februari 2018
- [38] Fatoni, A., 2014, **Hubungan antara pH dan C-Organik terhadap Ion Logam Cr(VI) pada Tanah Bekas Pertambangan: Kajian Reaksi Kimia**, *Prosiding Seminar Nasional Lahan Suboptimal*, Palembang, ISBN : 979-587-529-9
- [39] Ariyati, D., 2004, **Pengaruh Kondisi Adsorpsi terhadap Nilai Adsorpsi Cr(VI) oleh Pasir Laut Hasil Aktivasi**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [40] Reyes, J. V., 2014, **Influence of Functional Groups of Activated Carbon in the Anchoring of Iron Particles by Forced Hydrolysis and Its Use to Remove Hexavalent Chromium from Aqueous Solutions**, *Disertasi*, Faculty Of Chemical Sciences, Universidad Autónoma De Nuevo León
- [41] Minarsih, T., 2009, **Analisa Pengaruh Adanya Instalasi Pengolahan Air Limbah terhadap Kadar Chrom pada Limbah Batik Pabrik di Kabupaten Pekalongan**, *Jurnal Farmasi Indonesia*, vol. 6, no. 3, pp. 1-4
- [42] Sigma Aldrich, 2008, **1,5-Diphenylcarbazine**, [sigmaaldrich.com](http://sigmaaldrich.com), diakses tanggal 10 Februari 2018
- [43] Vogel, 1990, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Bagian I**, Alih Bahasa: Pudjaatmaka, edisi 5, PT. Kalam Media Pustaka, Jakarta.

- [44] Jain, R. N., Patil, S. B., dan Lal, D. S., 2014, **Adsorption of Cr(VI) from Aqueous Environment using Neem Leaves Powder**, *International Journal of Research in Engineering and Technology*, vol. 3, no. 9, pp. 25-28
- [45] Andini, A., 2017, **Analisa Kadar Kromium VI [Cr(VI)] Air di Kecamatan Tanggulangin Sidoarjo**, *Jurnal SainHealth*, vol. 1, no. 2, pp. 1-4
- [46] Astuti, 2016, **Karakterisasi Material**, *Skripsi*, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [47] Suhartati, T., 2017, **Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik**, AURA, Jakarta
- [48] Dachriyanus, 2004, **Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi**, *Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK)*, Universitas Andalas, Padang
- [49] Kristianingrum, S., **Handout Spektroskopi IR**, Universitas Negeri Yogyakarta, [staffnew.uny.ac.id](http://staffnew.uny.ac.id), diakses tanggal 22 Januari 2018
- [50] Amiruddin, H., 2016, **Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Tongkol Jagung (*Zea Mays*) dengan HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor**, Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin, Makassar
- [51] Abdullah, M. dan Khairurrijal, 2009, **Review Karakterisasi Material**, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, vol. 2, no. 1, ISSN 1979-0880
- [52] Ismanto, A. E., 2010, **Preparation of Capacitor's Electrode from Cassava Peel Waste**, Catholic University Kalijudan, Surabaya.

- [53] Purnamasari, U. I., 2018. **Skripsi: Pembuatan Karbon Aktif dari Kulit Salak (Salacca Zalacc) dengan Proses Pengaktifan Karbondioksida (CO<sub>2</sub>) menggunakan Pemanas Microwave**, Universitas Sumatera Utara
- [54] Wibowo, S., Syafi, W., dan Pari, G. 2011. **Karakterisasi Permukaan Arang Aktif Tempurung Biji Nyamplung**, Makara, Teknologi, Vol. 15, No. 1, April 2011: 17-24

