

Kondisi Optimum Proses Adsorpsi Logam Fe dengan Zeolit 4A dari *Fly Ash* Sawit

Zultiniar, Ida Zahrina, Fajril Akbar, dan Maya Sari

Laboratorium Produk Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Binawidya Panam, Pekanbaru 28293
E-mail: zultiniar.yar@gmail.com

Abstract

Iron is one of the heavy metals that are hazardous and toxic if measure exceeds the threshold. Degradation of water quality caused by the existence of which the iron content that already exists on the ground because of the layers of soil through which the water contains certain chemical elements, one of which is iron. One of the methods to decrease the concentration of dissolved metals, especially heavy metals, namely adsorption. The aim of this research to study the effect of mixing acceleration and temperature of the adsorption Fe metal with zeolite 4A using approach of Response Surface Method Central Composite design to obtain optimum condition the adsorption Fe metal with zeolite 4A. The use of zeolite 4A synthesis from mixing reaction of silica and alumina with volume ratio 60/40, mixing time of reactant 3 hours, and heating time of gel 8 hours was applied for adsorption of Fe metal. The adsorption process of Fe metal with zeolite 4A with mixing acceleration range 300 - 600 rpm and temperature range 30 - 60°C. The concentration of Fe ionic analyzed by Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). The results show that performance of zeolite 4A can adsorb Fe metal about 97.439%, and the optimum condition obtained for mixing acceleration was about 1230 rpm and temperature at 87°C.

Keywords: *Adsorption, Atom Absorption Spectrophotometry, Heavy metal, Response Surface Methode Central Composite Design, Zeolite.*

1. Pendahuluan

Besi merupakan salah satu jenis logam berat yang berbahaya apabila kadarnya melebihi ambang batas. Logam Fe dapat merusak dinding usus yang akhirnya menyebabkan kematian. Debu Fe juga dapat terakumulasi di dalam alveoli dan menyebabkan berkurangnya fungsi paru-paru.

Menurut Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 907/MENKES/SK/VII/2002 tanggal 29 Juli 2002 tentang syarat-syarat dan pengawasan kualitas air minum, kadar Fe dalam air konsumsi yang baik yaitu sebesar 0,3 mg/l. Penurunan kualitas air diantaranya diakibatkan oleh adanya kandungan besi yang sudah ada pada tanah karena lapisan-lapisan tanah yang dilewati air mengandung unsur-unsur kimia tertentu, salah satunya adalah besi (Andreas dan Ali, 2004).

Proses penghilangan logam berat dari limbah cair sudah dilakukan dengan beberapa cara seperti, pengendapan (*precipitation*) menggunakan bahan kimia, ekstraksi menggunakan pelarut tertentu, pertukaran ion,

osmosa balik (*reverse osmosis*) dan adsorpsi. Proses adsorpsi dengan pilihan jenis adsorben yang tepat jika dibandingkan dengan proses lainnya merupakan proses yang sederhana tapi cukup efektif dalam penghilangan logam berat dari limbah cair. Adsorben yang paling umum dipakai adalah karbon aktif, alumina, silika gel dan zeolit (Sriyanti dan Taslimah, 2003).

Adsorpsi didefinisikan sebagai pengambilan molekul-molekul oleh permukaan luar atau permukaan dalam suatu padatan adsorben atau oleh permukaan larutan. Beberapa faktor penting yang dapat mempengaruhi tingkatan terjadinya adsorpsi tersebut adalah pengadukan, karakteristik adsorben, daya larut, ukuran molekul zat terlarut, pH larutan dan temperatur larutan (Andreas dan Ali, 2004).

Beberapa peneliti terdahulu juga telah melakukan penelitian mengenai upaya mengurangi atau bahkan menghilangkan logam berat berbahaya dari limbah pada perairan. Andreas dan Ali (2004) meneliti penurunan kadar Fe dengan menggunakan media zeolit alam Ponorogo secara kontinyu dengan variasi konsentrasi influen dan

diameter butiran zeolit. Pengambilan sampel tiap 1 jam sekali hingga didapat kurva pada saat konsentrasi Fe effluen (C_e) = 0,3 mg/l sesuai standar air minum. Suci dan Nurul (2010) mengadsorpsi ion logam Zn(II) pada Zeolit A (yang disintesis dari abu dasar batubara PT Ipmomi Paiton) dengan Metode *Batch*. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa zeolit A tersebut mampu menghilangkan ion logam berat Zn(II) hingga 99,74%.

Rahayu dan Hardyati (2007) menggunakan zeolit untuk menyerap logam berat Fe pada limbah cair yang tercampur minyak goreng bekas industri kecil kerupuk secara *batch*. Efisiensi penyisihan Fe yang paling tinggi (73,59%) diperoleh pada ukuran zeolit 20-40 mesh dengan berat media 8 gram. Sriyanti dan Taslimah (2003) meneliti kinetika adsorpsi besi(III) pada zeolit alam termodifikasi 2-merkaptobenzotiasol. Penggunaan asam yang berbeda pada perlakuan fisiokimia terhadap zeolit alam menyebabkan perilaku adsorpsi dari adsorben terhadap besi(III) berbeda pula.

Zeolit adalah suatu jenis mineral yang tersusun dari silika (SiO_4) dan alumina (AlO_4) dengan rongga-rongga di dalamnya yang berisi ion-ion logam, biasanya logam alkali dan alkali tanah, dan molekul air. Dibanding zeolit alam, zeolit sintetis lebih disukai karena lebih aktif, selektif dan stabil dibandingkan dengan zeolit alam. Pada saat ini penggunaan mineral zeolit semakin meningkat, baik penggunaan dalam industri kecil hingga industri berskala besar (Ulfah dkk., 2006).

Salah satu zeolit sintetis adalah Zeolit 4A. Suchi (2011) telah mensintesis zeolit 4A dari fly ash sawit. Kondisi terbaik untuk sintesis Zeolit 4A yaitu pada campuran silika dan alumina dengan perbandingan volume 60/40, waktu pengadukan reaktan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam.

Zeolit 4A memiliki kapasitas tukar ion yang lebih besar dibandingkan dengan tipe zeolit yang lain, sehingga adsorben ini diharapkan dapat menghilangkan logam berat seperti Fe yang terkandung dalam limbah industri. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi proses optimum (kecepatan pengadukan dan temperatur) adsorpsi logam Fe dengan adsorben zeolit 4A (yang disintesis dari fly ash sawit) menggunakan metode *Response Surface Methode-Central Composite Design*.

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu fly ash sawit, NaOH, Al (OH)₃, aquades, HNO₃ 2%, NaOH 1M, FeSO₄. Alat-alat yang digunakan yaitu reaktor tangki berpengaduk, furnace, oven, timbangan analitik, labu ukur, gelas piala, gelas ukur, cawan crucible, pengaduk mekanik, tachometer, pompa vakum, corong buchner, kertas saring, kertas pH, satu set alat spektrofotometri serapan atom, satu set alat pengadukan listrik, water batch dan stopwatch.

2.2. Preparasi Zeolit 4A

Bahan baku yang digunakan untuk preparasi zeolit 4A adalah natrium silikat dan natrium aluminat. Larutan natrium silikat dibuat dengan melebur 25 gram fly ash

sawit dan 62,5 gr NaOH kering pada temperatur 500°C selama 5 jam. Setelah dingin, leburan tersebut diberi aquades 100 ml dan dibiarkan selama 24 jam agar larut sempurna. Larutan kemudian disaring dan diencerkan sampai 250 ml (Suchi, 2011).

Larutan natrium aluminat dibuat dengan melarutkan 30,50 gram NaOH dalam 100 ml aquades. Ke dalam larutan itu dimasukan sebanyak 21,65 gr Al(OH)₃ sambil diaduk. Setelah semua Al(OH)₃ larut kemudian diencerkan sampai 250 ml (Suchi, 2011).

Preparasi zeolit 4A mengikuti prosedur yang telah dilakukan oleh Suchi (2011) dengan mencampurkan natrium aluminat dan natrium silikat dengan perbandingan volume 60/40 dengan memasukkan natrium aluminat perlahan-lahan sambil diaduk selama 3 jam hingga campuran homogen dan terbentuk gel berwarna putih. Gel dipanaskan di oven pada suhu 80°C selama 8 jam. Selanjutnya gel disaring dan dicuci. Endapan yang terbentuk dicuci dengan aquades hingga pH netral. Endapan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 3 jam. Zeolit 4A dikarakterisasi dengan metoda spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X.

2.3. Adsorpsi Logam Fe

Proses adsorpsi dilakukan secara *batch* dan dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :

1. Membuat larutan induk FeSO₄ 1000 ppm, lalu ukur konsentrasi awalnya di AAS.
2. Larutan induk FeSO₄ diambil sebanyak 10 ml kemudian diencerkan pada labu ukur 100 ml dengan konsentrasi 100 ppm dan dimasukkan ke dalam beaker glass atur kecepatan pengadukan dan temperatur nya, lalu diukur konsentrasi awal pemanasan (Co).
3. Kemudian dimasukkan zeolit 4A, dan diukur konsentrasi akhir (Ce) sambil dicari waktu kesetimbangannya.
4. Setelah didapat waktu kesetimbangan, kemudian dilanjutkan proses adsorpsi untuk kecepatan pengadukan dan temperatur lainnya seperti pada langkah nomor 2 dan 3.
5. Persentase efisiensi penjerapan dapat ditentukan dengan rumus :

$$\% \text{Efisiensi} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \quad (1)$$

Keterangan :

C_e = Konsentrasi Fe setelah penjerapan
 C_o = Konsentrasi Fe sebelum penjerapan

2.4. Preparasi Zeolit 4A

Rancangan dan analisis data dilakukan dengan menerapkan RSM (*Response Surface Method*). RSM adalah sekumpulan metode matematika dan teknik-teknik statistik yang bertujuan membuat model dan melakukan analisis mengenai respon yang dipengaruhi oleh beberapa variabel.

Untuk memudahkan perhitungan dalam pengolahan data, rentang variabel proses dikodekan ke dalam rentang (-1,414 ,0, 1,414). Sehingga hubungan antara variabel

proses (ξ_i), dan *coded variables* (X_i) dapat dinyatakan seperti persamaan berikut (Montgomery, 1991).

$$X_i = \frac{\xi_i - \xi_i \text{ mid}}{\xi_i \text{ high} - \xi_i \text{ low}} \quad (2)$$

Dimana: $\xi_i \text{ mid} = (\xi_i \text{ high} + \xi_i \text{ low})/2$.

Jumlah tempuhan untuk rancangan percobaan ini dengan menggunakan RSM dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Tempuhan rancangan percobaan

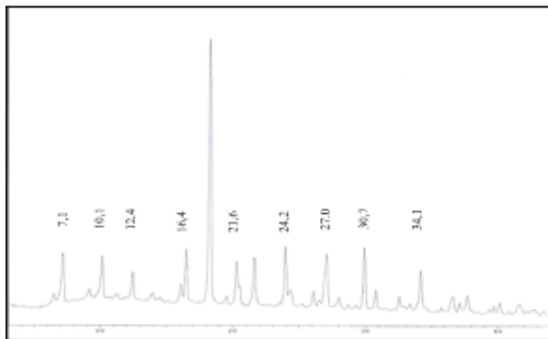
Run	Natural Variabel		Coded Variabel	
	ξ_1	ξ_2	X_1	X_2
1	300	30	-1	-1
2	300	60	-1	1
3	600	30	1	-1
4	600	60	1	1
5	450	45	0	0
6	450	45	0	0
7	450	45	0	0
8	450	45	0	0
9	662	45	1,414	0
10	238	45	-1,414	0
11	450	24	0	-1,414
12	450	66	0	1,414

Perhitungan optimasi adsorpsi logam Fe dengan zeolit 4A terhadap pengaruh kecepatan pengadukan dan temperatur dapat ditentukan dari model matematis dengan koefisien-koefisien model persamaan menggunakan orde dua yaitu :

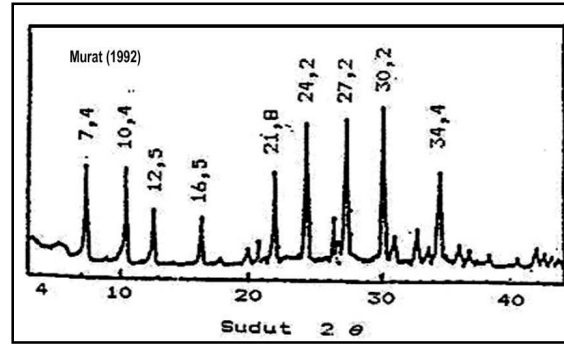
$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \epsilon \quad (3)$$

3. Hasil dan Pembahasan

Zeolit 4A yang digunakan sebagai adsorben pada penelitian ini dikarakterisasi dengan difraksi sinar x. Difraktogram zeolit 4A hasil preparasi ditampilkan pada Gambar 1 dan zeolit 4A standar (Murat, dkk, 1992) ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 1. Pola difraksi zeolit hasil preparasi



Gambar 2. Pola difraksi standar zeolit 4A dari Murat (1992)

Dari perbandingan difraktogram yang ditampilkan pada Gambar 1 dan 2, terlihat bahwa pola difraksi zeolit yang dipreparasi pada perbandingan volume reaktan 60/40 dan temperatur pemanasan *gel* 80°C memiliki nilai sudut 2θ yang hampir sama dengan nilai sudut 2θ zeolit 4A standar, maka dapat disimpulkan bahwa zeolit hasil preparasi ini adalah zeolit 4A.

3.1. Hasil Penyerapan Fe dengan Zeolit 4A

Penyerapan Fe pada zeolit 4A menggunakan larutan induk dengan konsentrasi 97,74 ppm dan hasil penyerapan logam Fe ini ditampilkan pada Tabel 2. Kemudian dihitung persen efisiensi dari penyerapan logam Fe dengan menggunakan persamaan (1) yang ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 2. Hasil penyerapan logam Fe

No	Kec. Pe ngadukan (rpm)	Temper atur (°C)	Konsentrasi Awal Pemanasan (ppm)	Konsentrasi Akhir (ppm)
1	300	30	67,28	3,39
2		60	78,06	3,8
3	450	45	72,571	5,793
4		45	72,97	3,362
5		45	72,238	3,7
6		45	72,493	2,47
7	662	66	79,027	19,7233
8		25	62,593	7,846
9	600	30	81,727	12,177
10		60	84,427	8,546
11	662	45	83,26	11,531
12	238	45	70,404	2,238

Tabel 3. Persen efisiensi penyerapan logam Fe

No	Nilai Sebenarnya		Variabel Alias		% Efisiensi (ppm)
	Kec.Pengadukan (rpm)	Temperatur (°C)	Kec.Pengadukan X ₁	Temperatur X ₂	
1	300	30	-1	-1	94,96
2	300	60	-1	1	95,13
3	600	30	1	-1	85,1
4	600	60	1	1	89,87
5	450	45	0	0	92,02
6	450	45	0	0	95,39
7	450	45	0	0	94,87
8	450	45	0	0	96,59
9	662	45	1,414	0	86,15
10	238	45	-1,414	0	96,82
11	450	25	0	-1,414	87,46
12	450	66	0	1,414	75,04

Pada Tabel 2 terlihat bahwa terjadinya penurunan konsentrasi Fe(II) awal pemanasan dari konsentrasi awal larutan induk. Perubahan konsentrasi ini diakibatkan pada saat pemanasan, Fe(II) sulfat kehilangan air kristalisasi dan kristal hijau asli diubah menjadi padatan kotor kuning anhidrat. Bahan anhidrat akan melepaskan sulfur dioksida dan uap putih belerang trioksida, yang akan meninggalkan warna coklat kemerahan berupa besi(III) oksida, sehingga konsentrasi dari Fe(II) akan berkurang (Anonim, 2007). Persen efisiensi penyerapan Fe oleh adsorben zeolit 4A ditampilkan pada Tabel 2.

Berdasarkan data di atas, model yang menggambarkan hubungan antara daya jerap dengan variabel bebas (kecepatan pengadukan dan temperatur) adalah :
 $\% \text{ jerap} = 94,718 - 2,930 X_2 - 6,736 X_2^2 + 4,900 X_1 X_2$
 Terhadap persamaan di atas, dilakukan pengujian model regresi. Pengujian model dilakukan dengan 3 cara (Kurniawan, 2008) yaitu :

a. Uji Simultan Model Regresi (Uji F)

Hasil pengujian model regresi secara simultan dengan hipotesa sebagai berikut :

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$$

$$H_1 : \beta_j \neq 0 \text{ untuk paling sedikit satu } j$$

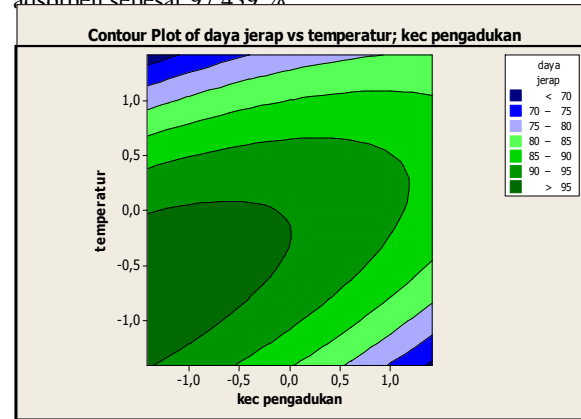
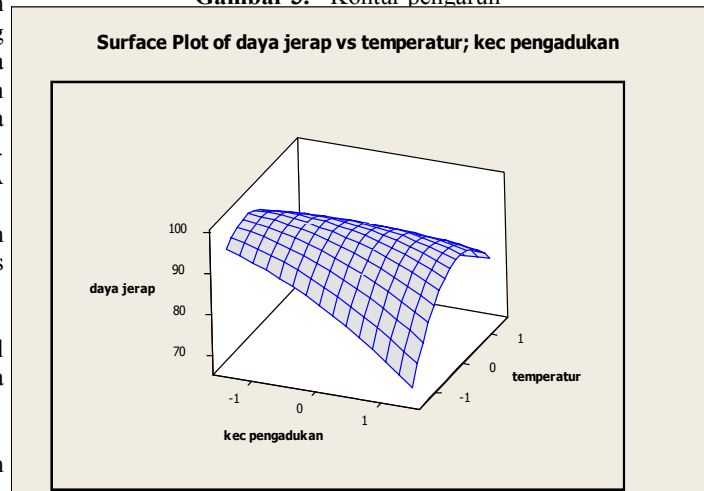
Statistik uji F dengan $\alpha = 5\%$ dapat disimpulkan bahwa koefisien regresi (β) yaitu kecepatan pengadukan dan temperatur memiliki pengaruh terhadap daya jerap.

b. Uji Parsial

Karena pada uji simultan (uji F) didapat bahwa koefisien regresi (β) tidak memiliki pengaruh terhadap daya jerap, maka selanjutnya akan diselidiki koefisien yang signifikan pada model. Dengan statistik uji t pada $\alpha = 5\%$, dapat diketahui bahwa koefisien (β) pada model yang memiliki pengaruh terhadap daya jerap adalah temperatur (X_2), temperatur kuadrat (X_2^2), interaksi kecepatan pengadukan dengan temperatur ($X_1 X_2$).

- c. Pengambilan Keputusan dengan *p-value* Dengan *p-value*, koefisien (β) pada model yang memiliki pengaruh terhadap penyerapan adalah temperatur (X_2), temperatur kuadrat (X_2^2) dan interaksi kecepatan pengadukan dengan temperatur ($X_1 X_2$).

Untuk melihat visualisasi pengaruh masing – masing variabel terhadap daya jerap secara lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4 yang disajikan dalam bentuk plot kontur dan plot respon permukaan. Variabel optimum diperoleh pada kecepatan pengadukan (X_1) 1230 rpm dan temperatur (X_2) 87°C dengan kemampuan daya jerap adsorben sebesar 97,439 %.

**Gambar 3.** Kontur pengaruh**Gambar 4.** Respon permukaan pengaruh kecepatan pengadukan dan temperatur

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Pada pengujian model regresi diperoleh kecepatan pengadukan dan temperatur memiliki pengaruh terhadap daya jerap Zeolit 4A yang disintesis dari *fly ash* sawit.
2. Diperoleh nilai variabel optimum untuk kecepatan pengadukan (X_1) 1230 rpm dan temperatur (X_2) 87°C dengan kemampuan daya jerap sebesar 97,439 %.

Daftar Pustaka

- Andreas, D.P dan Ali, M. 2004. "Penurunan Kadar Besi oleh Media Zeolit Alam Ponorogo secara Kontinyu". Jurusan Teknik Lingkungan FTSP-ITS.
- Irianti, M., B. Nasrul, dan D. Prabowo. 2005. Analisis Tingkat Bahaya Erosi Di sub DAS Peranap. *Jurnal Penelitian XIV* (1): 38-43.
- Montgomery, D.C. 1991. *Design and Analysis of Experiments*. 3rd ed. New York, J. Wiley & Sons.
- Murat, M., Amokrane A., Bastide, J.P & Montanaro, L. 1992. *Synthesis of zeolites from thermally activated kaolinite some observations on nucleation and growth*. Publication. Brussels-Belgium. P 92.
- Rahayu, S., dan Hardyati, N. 2007. "Uji Kemampuan Zeolit dalam Menyisihkan Logam Fe pada Limbah Cair yang Tercampur Minyak Goreng Bekas".
- Rampal, K.K. 1982. *Textbook of Photogrammetry*. 2nd ed. Book 3. Oxford and IBH Publishing Co. New Delhi-Bombay-Calcuta. 105 pp.
- Sriyanti dan Taslimah. 2003. "Kinetika Adsorpsi Besi (III) Dalam Medium Air Pada Zeolit Alam Termodifikasi 2-Merkaptobenzotiasol". Universitas Diponegoro, Semarang.
- Suchi, A. 2011. "Sintesis Zeolit 4A dari *Fly Ash* sawit dengan Variasi Lama Pengadukan dan Temperatur Pemanasan Gel". Laporan Penelitian. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau, Pekanbaru.
- Suci, W., dan Nurul, W. 2010. "Adsorpsi Ion Logam Zn(II) pada Zeolit A yang Disintesis dari Abu Dasar Batubara PT Ipmomi Paiton dengan Metode *Batch*". Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Sys, C., van Ranst, E. Debevaye, and J. Beernaert. 1993. Land evaluation: crop requirements. *Proceedings of the Agricultural*.
- Ulfah, Eli Maria, Fani Alifia Yasnur, dan Istadi. 2006. "Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan *Water Glass* dengan *Response Surface Methodology*". Universitas Diponegoro, Semarang.