PENGARUH SUHU AKTIVASI TERHADAP DAYA SERAP IOD PADA ZEOLIT ALAM TERAKTIVASI Na_2- EDTA

Mustafa[1,*)], Sirajuddin[1)], Andri Kurniawan[1)], Fataa Kusumattaqiin[1)], Abdul Muis[2)], Masing[3)], Abdul Rahman[3)] dan Atika Ayu Pratiwi[1)]

[1]Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda
[2]Teknik Mesin, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda
[3]Teknik Elektro, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda

E-mail: mustafa@polnes.ac.id

Abstract

Indonesian natural zeolites are commonly used as industrial and environmental waste absorbers, molecular filters, ion exchangers, and catalyst adsorbents. Zeolites can be found naturally or produced through a synthetic process. Before being used as adsorbents, natural zeolites generally require an activation process to increase the active surface area, open clogged pores with impurities, and improve their adsorption capacity. This study aims to explore the impact of activation temperature on the iodine adsorption capacity of natural zeolites using Na2EDTA activator. This activation process was carried out chemically using a 0.5 M Na2EDTA activator and physically with temperature variations of 300°C, 400°C, 500°C, and 600°C. To understand the changes in pore structure in zeolites, Scanning Electron Microscope (SEM) analysis was carried out. The best results were found with natural zeolite activated at 600°C, which had an adsorption capacity of 12,678.4 mg/g and an increasingly hollow pore structure, reaching a size of up to 6.72 µm. The results obtained meet the requirements as an alternative absorbent to activated charcoal, as they meet the minimum limits stipulated in SNI 06-3730-1995.

Keywords: *adsorption, activation, Na2EDTA, natural zeolite*

PENDAHULUAN

Zeolit adalah mineral aluminosilikat kristalin berpori yang terdiri dari unit tetrahedral silika (SiO_4) dan alumina (AlO_4) yang terhubung membentuk struktur tiga dimensi. Struktur ini menghasilkan saluran dan rongga mikropori yang teratur, sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai adsorben, penukar ion, dan katalis. Kation alkali dan alkali tanah yang terdapat dalam pori-porinya dapat berpindah dan ditukar tanpa merusak struktur kristal zeolit (Li, J., et.al., 2023). Zeolit dapat ditemukan secara alami maupun dibuat secara sintetis. Tipe zeolit alami yang sering digunakan meliputi klinoptilolit dan mordenit karena memiliki kemampuan adsorpsi dan pertukaran ion yang besar. Beragam studi menunjukkan bahwa zeolit efisien digunakan dalam pengolahan sampah, penyaringan air, penyaringan molekuler, dan sebagai adsorben untuk berbagai kontaminan anorganik dan organik (Grifasi, N., et.al., 2024).

Kemampuan adsorpsi zeolit terkait dengan luas permukaan, dimensi pori, dan muatan negatif di dalam kerangka aluminosilikatnya. Ciri-ciri tersebut membuat zeolit dapat mengadsorpsi berbagai ion logam berat seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (Cr), nikel (Ni), tembaga (Cu), seng (Zn), dan logam lainnya yang berisiko mencemari lingkungan perairan. Di antara berbagai tipe zeolit alami, klinoptilolit adalah material yang paling banyak diteliti dan digunakan untuk penghilangan logam berat dari air limbah (Velarde, L., et.al., 2023).

Sebelum dimanfaatkan sebagai adsorben, zeolit alami biasanya memerlukan proses aktivasi untuk memperbesar luas permukaan aktif, membersihkan pori yang terhambat oleh kotoran, dan meningkatkan kapasitas adsorpsinya. Aktivasi bisa dilakukan dengan cara fisik ataupun kimia. Aktivasi dengan larutan asam terbukti efektif dalam menghapus pengotor dan meningkatkan aksesibilitas pori, namun penggunaan asam secara berlebihan dapat mengakibatkan dealuminasi serta merusak struktur kristal zeolit, sehingga mengurangi kinerjanya. Untuk itu, penerapan agen pengompleks seperti Na_2EDTA menjadi pilihan yang lebih selektif dalam menghilangkan oksida logam bebas tanpa merusak kerangka zeolit secara signifikan (Senila, M., & Cadar, O., 2024).

Studi tentang aktivasi zeolit alami telah banyak dilakukan untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya. Penggunaan asam dan agen pengompleks dalam aktivasi kimia diketahui efektif dalam menghapus kontaminan, memperluas area permukaan, dan meningkatkan sifat adsorben zeolit. Akan tetapi, penggunaan asam kuat seperti HCl dapat mengakibatkan proses dealuminasi yang berlebihan, sehingga berisiko mengubah struktur kerangka zeolit dan menurunkan stabilitas material jika kondisi aktivasi tidak dikelola dengan baik (Velarde, L., et.al., 2023).Sebagai pilihan lain, penggunaan etilendiamintetraasetat (EDTA) dikabarkan efektif dalam memodifikasi zeolit dengan cara mengkelat ion logam tanpa merusak struktur secara signifikan. EDTA dikenal ampuh dalam menghapus spesies logam tertentu dan meningkatkan kemampuan adsorpsi zeolit terhadap berbagai kontaminan dalam fase cair (Zhang, R., et.al., 2022).Selain aktivasi kimia, perlakuan termal (aktivasi fisik) juga memiliki peran penting dalam meningkatkan kinerja zeolit. Pemanasan pada suhu tertentu dapat mengeluarkan molekul air yang terperangkap dalam pori, meningkatkan porositas, serta memperluas luas permukaan spesifik sehingga kemampuan adsorpsi zeolit menjadi lebih optimal. Namun, suhu aktivasi perlu dikendalikan karena pemanasan yang berlebihan dapat menyebabkan

perubahan dalam struktur kristal zeolit (Kukobat, R., et.al., 2022).Dari penjelasan tersebut, studi ini memanfaatkan perpaduan aktivasi kimia dengan Na_2EDTA dan aktivasi fisika melalui variasi suhu pemanasan. Pendekatan ini diambil karena Na_2EDTA memiliki kemampuan untuk menghilangkan oksida atau kontaminan logam tanpa merusak struktur zeolit, yang biasanya terjadi akibat penggunaan asam kuat, sementara aktivasi fisik diharapkan mampu meningkatkan luas permukaan dan kemampuan adsorpsi zeolit alami (Zhang, R., et.al., 2022).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah screening, pipet ukur, furnace, spatula, lumpang dan alu, hot plate, kertas Ssaring, magnetic stirrer, oven, tray, erlenmeyer, alumunium foil, corong, buret, gelas kimia, pH meter, batang pengaduk, neraca digital, bulp, pipet tetes, botol semprot, dan pipet volume. Sedangkan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam, Natrium Tiosuflat 0,1 N, $K_2Cr_2O_7$, KI Jenuh, Aquadest, Indikator Kanji, Na_2EDTA 0,5 M dan Indikator PP.

Prosedur Penelitian

A. Preparasi Zeolit Alam

Pertama-tama menghaluskan zeolit alam hingga berukuran kecil dan kemudian mengayak zeolit alam tersebut yang telah halus dengan menggunakan *screening* hingga ukuran -100+120 mesh.

B. Prosedur Aktivasi Zeolit Alam

Melakukan preparasi sample zeolite alam seperti diatas, kemudian merendam 200 g zeolit alam dengan 400 mL Na_2EDTA 0,5 M yang telah dipanaskan kemudian di diamkan selama 2 jam. Menyaring dan mencuci campuran dengan aquadest hingga filtrat menunjukkan pH sama dengan aquadest, kemudian memasukkan zeolit ke dalam furnace pada suhu 300, 400, 500 dan 600^oC selama 3 jam

C. Prosedur Analisa

Analisa Daya Serap Zeolit Alam terhadap I_2 (Wulandari, 2013)

Menimbang dengan teliti masing-masing 50 mg sample (zeolit) kemudian masukkan ke dalam Erlenmeyer dan menambahkan 50 mL aquadest dan 5 mL larutan iod 0,1 N, lalu mengocok dengan hati-hati dan menutup dengan alumunium foil lalu disimpan

di tempat gelap selama 2 jam kemudian menyaring untuk diambil filtratnya dan memasukkan ke dalam Erlenmeyer yang baru dan besih lalu menambahkan 25 mL aquadest dan 3 tetes indikator kanji, kemudian menitrasi dengan larutan $Na_2S_2O_3$ (Natrium Thiosulfat) 0,1 N yang telah di standarisasi. Titrasi dihentikan saat tepat warna biru hilang, kemudian melakukan hal yang sama untuk larutan blanko sebagai pembanding, serta menghitung daya serap terhadap iod menggunakan persamaan:

$$Daya\ Jerap\ Iod\ (\%) = \frac{(V_{blanko} - V_{sample}) \times Ntio \times BE\ I_2}{mg\ sample} \times 100\% \quad (1)$$

Keterangan:

V_{blanko} =Volume larutan $Na_2S_2O_3$ yang diperlukan dalam blanko (mL);

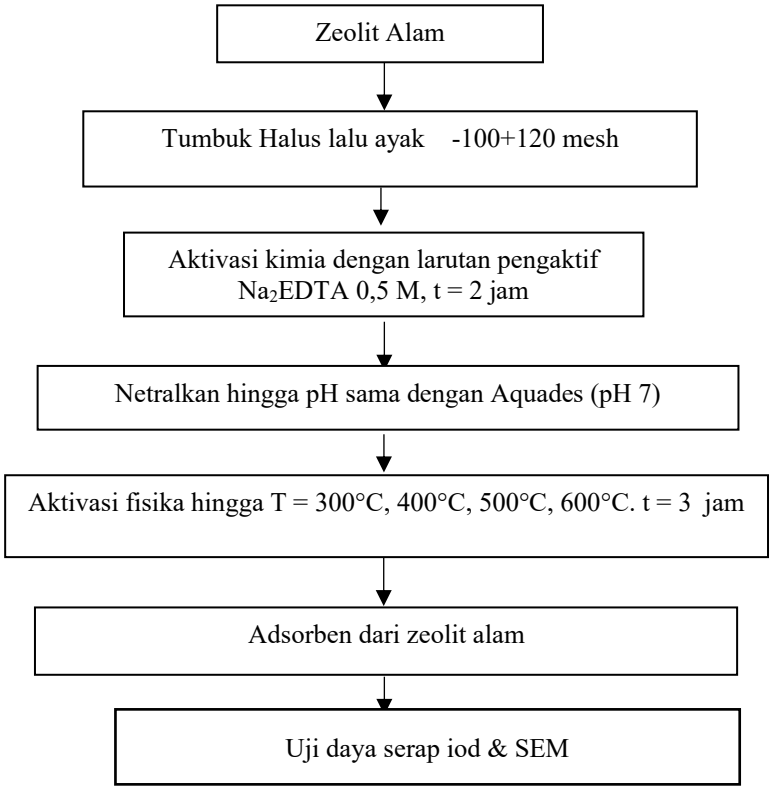
V_{sample} =Volume larutan $Na_2S_2O_3$ yang diperlukan dalam sample (mL);

N_{tio} =Normalitas larutan iod;

BE I_2 =Berat atom iod (126,91);

Mg sample = massa sample atau zeolit (mg)

Diagram Alir Penelitian



Gambar 1. Diagram alir penelitian

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu aktivasi terhadap daya serap iod pada zeolit alam menggunakan aktivator Na_2EDTA. Data hasil analisa daya serap iod ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1
Data Hasil Daya Serap Iod Zeolit Alam

Variasi (°C)	Nilai Daya Serap Iod (mg/g)	Diameter Pori (µm)
Sebelum aktivasi	763,7	-
300	2.545, 8	1,93
400	7.607	2,62
500	10.102,5	2,97
600	12.678,4	6,72
SNI 06-3730-1995	**Minimal 750**	-

4.2 Pembahasan

Pada penelitian ini memanfaatkan zeolit alam yang diaktivasi menggunakan Na_2EDTA 0,5 M yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan ion dan juga bertujuan untuk meningkatkan nilai tambah zeolit alam (Trisunaryanti, 2018).

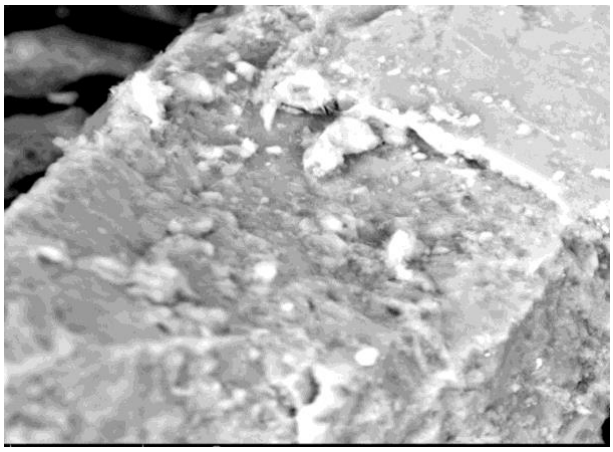
Pada umumnya zeolit yang didapatkan dari alam masih mengandung banyak zat pengotor dan masih berbentuk batuan yang dapat mengurangi kapasitas adsorpsi dari zeolit itu. Penambahan larutan Na_2EDTA yang bersifat heksadentat mampu meminimalisir kerusakan struktur pada zeolit yang memiliki kemampuan sebagai perekat kuat pada struktur dasar penyusun zeolit dan juga dapat membersihkan pori zeolit dari pengotor (Bendiyasa dkk., 2008 dalam Wulandari,2013).

Setelah itu dilakukan aktivasi fisika selama 3 jam pada suhu yang bervariasi yaitu 300°C, 400°C, 500°C, dan 600°C menggunakan furnace. Dengan adanya proses aktivasi fisika, pori-pori yang mulai terbentuk pada saat aktivasi kimia akan membesar akibat dari pemanasan pada saat proses aktivasi. Aktivasi fisika bertujuan memperluas pori dengan bantuan panas. Pemanasan bertujuan untuk menguapkan air atau komponen lain yang menutupi permukaan pori yang terperangkap di dalamnya sehingga jumlah pori dan luas permukaannya bertambah (Agus, 2010 dalam Ningrum, 2016 dalam Kurniawan,2017).

Zeolit mengandung 60% air dari total beratnya karena adanya porositas yang tinggi dari struktur kristalinnya (Polat et al., 2004 dalam Trisunaryati 2018). Aktivasi

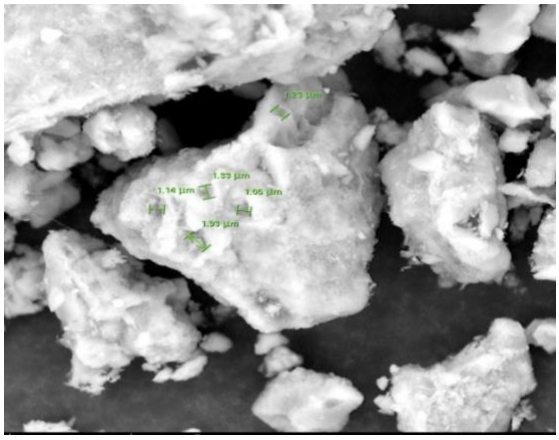
fisika dengan proses kalsinasi zeolit perlu di kontrol karena pemanasan yang berlebihan kemungkinan akan menyebabkan zeolit tersebut rusak. Namun, pada dasarnya zeolit mempunyai stabilitas termal yang tinggi (Satterfield, 1991 dalam Trisunaryanti 2018).

Pori dapat dilihat pada saat uji SEM dilakukan. Seperti pada gambar dbawah ini:



Gambar 2. Hasil Uji Analisa SEM Sebelum Diaktivasi

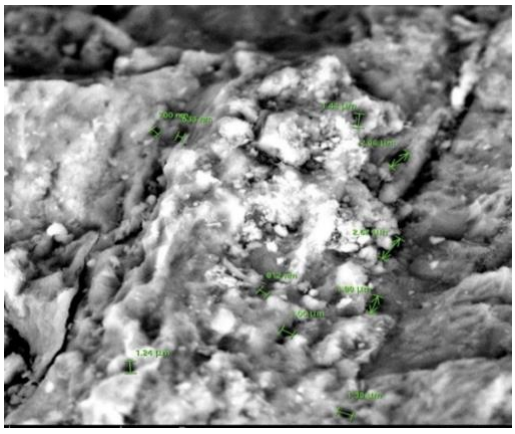
Terlihat jelas juga pada tabel 4.1 bahwa semakin semakin tinggi suhu pada saat aktivasi fisika, pori pada zeolit semakin jelas terlihat dan terbentuk. Ukuran diameter pori pada zeolit pun semakin bertambah seiring bertambahnya suhu, pada hal ini semakin jelas bahwa semakin tinggi suhu akan berpengaruh untuk menjadikan semakin besar rongga pori yang terbentuk. Dan hal ini akan semakin berpengaruh untuk hasil daya serap iod pada zeolit tersebut.



Gambar 3. Hasil Uji Analisa SEM Dengan Aktivasi 300 ^{o}C

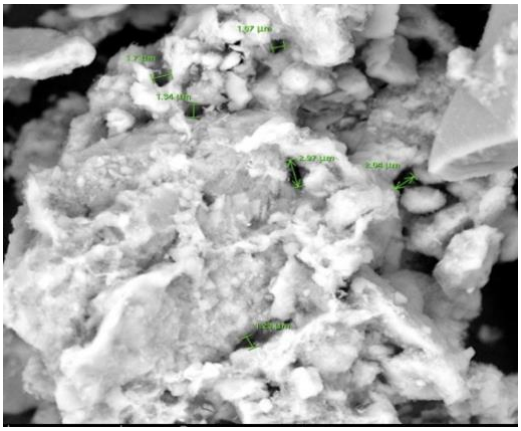
Pada tabel 4.1 dapat dilihat hasil uji daya serap iod dari zeolit alam mengalami kenaikan disetiap peningkatan suhu aktivasi yang terjadi. Pada zeolit alam yang telah teraktivasi hasil terendah didapat pada suhu 300 ^{o}C sebesar 2545,8 mg/g. Mulai terlihat

cekungan-cekungan berdiameter 1,93µm yang terbentuk pada zeolit alam dikarenakan panas yang berkontak dengan zeolit alam pada saat aktivasi.



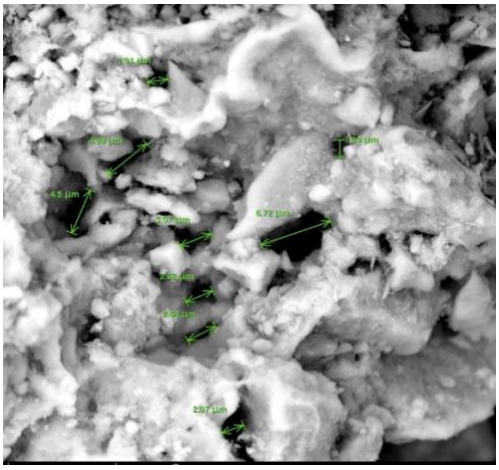
Gambar 4. Hasil Uji Analisa SEM Dengan Aktivasi 400^{o}C

Kemudian pada suhu 400 ^{o}C naik menjadi 7607 mg/g, telah nampak cekungan yang lebih dalam berdiameter 2,62µm yang lebih membesar dibandingkan dengan suhu sebelumnya.



Gambar 5. Hasil Uji Analisa SEM Dengan Aktivasi 500^{o}C

Kemudian meningkat lagi pada suhu 500 ^{o}C sejumlah 10102,5 mg/g, terlihat cekungan yang hampir mendekati seperti pori yang akan berlubang, dan terdapat sebagian pori yang mulai berlubang dengan diameter sebesar 2,97µm,



Gambar 6. Hasil Uji Analisa SEM Dengan Aktivasi 600^{o}C

Hasil tertinggi didapat pada suhu aktivasi 600 ^{o}C sebesar 12678,4 mg/g, rongga-rongga terlihat berlubang dan pori-porinya telah bertambah luas, yaitu 6,72µm. Hal tersebut terjadi karena zat-zat pengotor yang telah luruh akibat aktivasi secara kimia dan kemudian diperluas permukaan pada rongganya dengan pemanasan melalui aktivasi fisika (Aidha, 2013). Terbukanya pori-pori menyebabkan daya serap pada zeolit alam bertambah juga.

SIMPULAN

Adapun simpulan pada peneltan ini adalah hasil tertinggi terdapat pada variasi suhu aktivasi fisika 600^{o}C. Didapatkan hasil daya serap sebesar 12.678,4 mg/g dengan diameter pori sebesar 6,72 µm. Dan telah memenuhi syarat standar mutu arang aktif (SNI 06-3730-1995).

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Pusat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat di Politeknik Negeri Samarinda (P2M POLNES) atas kesempatan yang diberikan untuk melakukan penelitian independen ini, dan juga kepada semua pihak yang mendukung kelancaran pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Grifasi, N., Ziantoni, B., Fino, D., Piumetti.M., (2024). Fundamental properties and sustainable applications of the natural zeolite clinoptilolite. Environ Sci Pollut Res

Int. 2024 May 23;32(48):27805–27840. https://doi.org/10.1007/s11356-024-33656-5

Kukobat, R., Škrbić, R., Massiani, P., Baghdad, K., Launay, F., Sarno, M., Cirillo, C., Senatore, A., Salčin, E., Atlagić, G.S., (2022). Thermal and structural stability of microporous natural clinoptilolite zeolite. Microporous and Mesoporous Materials 341 (2022)112101. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2022.112101

Li, J., Gao, M., Yan, W., & Yu, J. (2023). Regulation of the Si/Al ratios and Al distributions of zeolites and their impact on properties. Chemical Science, 14, 1935–1959. https://doi.org/10.1039/D2SC06010H

Senila, M., & Cadar, O. (2024). Modification of natural zeolites and their applications for heavy metal removal from polluted environments: Challenges, recent advances, and perspectives. Heliyon, 10(3), e25303. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e25303

Velarde, L., Nabavi, M. S., Escalera, E., Antti, M.-L., & Akhtar, F. (2023). Adsorption of heavy metals on natural zeolites: A review. Chemosphere, 328, 138508. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138508

Zhang, R., Zou, R., Li, W., Chang, Y., Fan, X., (2022). On understanding the sequential post-synthetic microwave-assisted dealumination and alkaline treatment of Y zeolite. Microporous and Mesoporous Materials 333 (2022)111736. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2022.111736