



PREPARASI DAN KARAKTERISASI SILIKA LIMBAH *LEACHING* ZIRKON SEBAGAI ADSORBEN ION Fe(III)

Octavia Uriastanti¹⁾, F. Widhi Mahatmanti¹⁾, Agung Tri Prasetya¹⁾, dan Erlin Purwita Sari²⁾

¹⁾Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

²⁾Pusat Sains dan Teknologi Akselerator BATAN Yogyakarta

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima Oktober 2016
Disetujui November 2016
Dipublikasikan November 2016

Kata Kunci:
silika
limbah *leaching* zirkon
adsorpsi
ion Fe(III)

Abstrak

Studi tentang preparasi silika dari limbah *leaching* zirkon untuk proses adsorpsi ion Fe(III) telah dilakukan. Hasil preparasi silika di manfaatkan dalam proses adsorpsi ion Fe(III). Limbah *leaching* zirkon dipreparasi melalui 3 tahap yaitu *leaching*, pencucian dan pengeringan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa karakteristik silika hasil preparasi memiliki struktur *amorf* sesuai hasil analisis XRD, dan analisis SAA menunjukkan luas permukaan sebesar 232,6872 m²/g serta ukuran mesopori. Pemanfaatan silika dalam proses adsorpsi ion Fe(III), diperoleh kapasitas adsorpsi terbesar pada variasi konsentrasi 150 ppm. Adsorpsi ion Fe(III) menggunakan silika dari limbah *leaching* zirkon mengikuti isoterm *Freundlich* dengan harga K_f yaitu 41,557 dan n sebesar 6,9252.

Abstract

Studies on preparation and characterization silica from leached zircon waste to adsorption process of metal ion Fe(III) has been done. The result of preparation used to adsorption process Fe(III) ion. Leached zircon waste prepared to three step, leaching, washing, and drying. This study showing silica from preparation product have amorph structure appropriate with XRD analyzed, and SAA analysis indicating surface area are 232.6872 m²/g and mesopore size. Application of silica in adsorption process of Fe(III) get adsorption capacity are 150 ppm. Based on adsorption result, so adsorption of Fe(III) ion using silica from leached zircon waste following Freundlich isotherm with K_f value are 41.557 and n are 6.9252.

Pendahuluan

Seiring dengan berkembangnya industrialisasi yang menjanjikan kemudahan dan kesejahteraan bagi masyarakat ternyata menimbulkan dampak negatif berupa limbah industri yang mengandung ion logam berat (Antom & Tomijiro; 1995). Salah satu ion logam berat yang berbahaya adalah Fe(III). Berdasarkan sudut pandang toksologi logam besi termasuk dalam logam berat esensial, keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah berlebihan dapat menimbulkan efek racun (Palar; 1994). Ion logam ini memiliki kestabilan yang tinggi dalam larutan, dibandingkan ion Fe(II).

Salah satu upaya untuk menurunkan polusi ion logam berat adalah melalui teknik adsorpsi. Teknik ini murah dari segi biaya serta tidak adanya efek samping zat beracun (Blais, *et al.*; 2000). Silika merupakan bahan adsorben yang paling banyak digunakan, karena sangat *inert*, hidrofilik, dan biaya sintesis yang murah. Disamping itu bahan ini juga memiliki kestabilan termal dan mekanik yang cukup tinggi, relatif tidak mengembang dalam pelarut organik jika dibandingkan padatan polimer organik (Nuryono; 2003).

Di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator BATAN Yogyakarta, zirkon merupakan salah satu mineral tanah jarang yang saat ini sedang diteliti dan dikembangkan. Dalam sintesis produk zirkon, silika dihasilkan sebagai produk samping yang dianggap sebagai pengotor. Silika yang dihasilkan berasal dari proses *leaching* zirkon dengan HCl dan berupa sol silika. Sejauh ini penelitian terkait limbah silika dari *leaching* zirkon masih jarang dilakukan. Banyak penelitian tentang silika saat ini masih fokus menggunakan abu sekam padi dan pasir kuarsa. Pemanfaatan silika dari *leaching* zirkon tentu diharapkan akan menambah referensi material silika baru yang bisa diteliti dan dikembangkan, selain itu juga dapat membantu mengatasi limbah dari produksi zirkon secara efektif dan bijak. Potensi silika dari limbah *leaching* zirkon ini juga didukung oleh penelitian Donia, *et al.* (2011) yang menyatakan bahwa kapasitas adsorpsinya terhadap thorium yaitu 112 mg/g untuk silika dimodifikasi pentamina dan 90,3 mg/g untuk silika dimodifikasi triamina.

Metode Penelitian

Alat-alat yang digunakan adalah pH meter (model *HM-5B*, *TOA Electronic*), neraca digital *AND-GR200*, oven *Heraeus*, difraktometer sinar X (*Shimadzu XRD-6000*), *Surface Area Analyzer*

(*SAA NOVA Quantachrome*), UV Vis spektrofotometer (*Shimadzu UV mini-1240*). Bahan-bahan yang digunakan adalah limbah silika dari *leaching* zirkon, ABM (Air Bebas Mineral), etanol absolut, FeCl₃, HNO₃, NH₃, silika gel standar, HCl, NaOH, dan KSCN dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*.

Limbah silika 600 mL di *leaching* dengan 1800 mL HNO₃ 1 M, pada suhu 25°C selama 30 menit, pH larutan dijaga antara 6-7 menggunakan larutan ammonia. Silika dicuci dengan menambahkan aquades dan etanol hingga pH netral. Pengerinan dilakukan pada suhu 50°C, selanjutnya diaktivasi pada 150°C selama 5 jam. Setelah kering diayak dengan ayakan 75 *mesh*. Padatan silika yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SAA. Selanjutnya dimanfaatkan dalam proses adsorpsi ion Fe(III).

Pengaruh konsentrasi adsorbat terhadap adsorpsi ion Fe(III) yaitu membuat 50 mL larutan ion Fe(III) dengan variasi konsentrasi 50, 100, 150, 200, dan 250 ppm pada pH 6, kemudian ditambah adsorben 0,0250 g dan digojog pada 25°C selama 120 menit. Sampel diuji menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang 456 nm dengan dikomplekskan KSCN dan HNO₃ (Rusmana, *et al.*; 2011).

Hasil dan Pembahasan

Sampel silika yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah silika dari proses *leaching* zirkon, di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator BATAN Yogyakarta. Menurut Sulisty (2012), proses *leaching* dengan HCl, selain menghasilkan kristal ZOC dan silika, juga dihasilkan garam NaCl sebagaimana reaksi berikut:

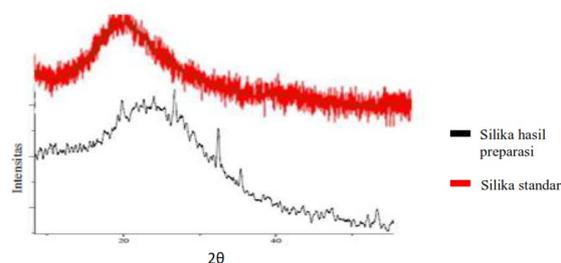


Limbah silika ditambahkan ABM (air bebas mineral) untuk mengencerkan asam klorida dan melarutkan kristal ZOC serta garam pengotor lainnya.

Tahap awal preparasi yaitu proses *leaching* dengan asam nitrat ini untuk mengeluarkan pengotor berupa ion-ion logam yang masih terkandung dalam silika, agar meningkatkan kualitas kemurnian silika yang dihasilkan. pH larutan diatur antara 6-7 mendekati netral untuk mencegah terjadi protonasi karena suasana terlalu asam maupun deprotonasi karena suasana yang sangat basa (Hendrawan; 2010). Pencucian berfungsi untuk menetralkan pH silika dan pengeringan untuk menghilangkan kadar air.

Silika diaktivasi dan siap untuk dikarakterisasi dan diuji sebagai adsorben ion Fe(III).

Sampel dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui bentuk struktur dari silika hasil preparasi. Hal ini perlu dilakukan mengingat salah satu syarat adsorben adalah bersifat *amorf* dengan struktur tidak beraturan.



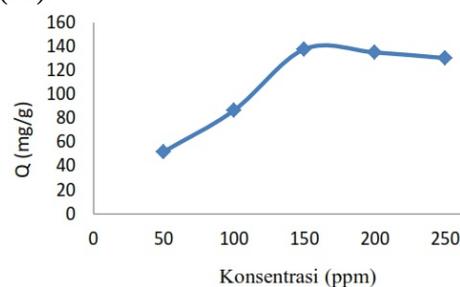
Gambar 1. Pola XRD silika standar dan silika hasil preparasi

Pada Gambar 1. terlihat bahwa terdapat puncak melebar di 2θ antara $21-22^\circ$. Menurut Kalaphaty, *et al.* (2000) bentuk puncak yang lebar dengan pusat puncak disekitar $2\theta = 22^\circ$ menunjukkan bahwa silika bersifat *amorf*. Pada pola XRD silika hasil preparasi terdapat 3 puncak tajam. Karyasa (2014) menyatakan puncak 2θ pada $26,6892^\circ$ menunjukkan terbentuknya fase *kuarsa*. Pada puncak $2\theta = 32,4012^\circ$ menurut Karyasa (2014) diindikasikan sebagai puncak *kristobalit*. Sedangkan pada puncak $2\theta = 35,4561^\circ$ menurut Nevivilanti, *et al.* (2010) sudah terbentuk *mullite*. Munculnya ketiga puncak kristal tersebut disebabkan karena pengotor anorganik yang terdapat pada silika mengkatalisis terbentuknya struktur kristalin pada suhu rendah (Umeda; 2008).

Luas permukaan dan ukuran partikel silika hasil preprasi di uji menggunakan SAA. Hasil karakterisasinya dibandingkan dengan silika standar. Luas permukaan silika hasil preparasi yang diperoleh cukup luas yaitu $232,6873 \text{ m}^2/\text{g}$. Adapun dengan rerata jari-jari total sebesar $28,9798 \text{ \AA}$. Hal ini mengindikasikan bahwa silika hasil preprasi memiliki karakteristik struktur mesopori (Donia, *et al.*; 2011). Sedangkan berdasarkan data dari Poole (2015), silika gel 60 dari *Merck* memiliki karakteristik luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari yang sangat besar. Hal ini dikarenakan kadar yang lebih tinggi dan tidak adanya gugus pengotor pada silika standar.

Proses pemanfaatan silika sebagai adsorben ion Fe(III) dilakukan dengan variasi konsentrasi awal adsorbat. Variasi konsentrasi ini digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi silika hasil preparasi terhadap ion

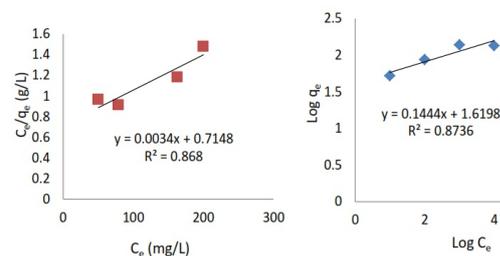
Fe(III).



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi terhadap proses adsorpsi ion Fe(III)

Gambar 2. menunjukkan konsentrasi meningkat dan mencapai konsentrasi maksimum pada konsentrasi 150 ppm. Pada konsentrasi yang lebih tinggi terjadi penurunan, karena permukaan adsorben sudah penuh dengan ion Fe(III) sehingga tidak dapat lagi menyerap ion Fe(III) atau dengan kata lain sudah jenuh. Proses adsorpsi pada konsentrasi yang lebih tinggi akan menyebabkan desorpsi (Fatimah, *et al.*; 2014).

Hasil dari proses adsorpsi dengan variasi konsentrasi adsorbat, digunakan untuk menghitung isoterm adsorpsi. Metode isoterm *Langmuir* mengasumsikan bahwa permukaan adsorben adalah homogen dan besarnya energi adsorpsi ekuivalen untuk setiap situs adsorpsi (Amri, *et al.*; 2004). Kurva isoterm *Langmuir* dibuat dengan cara memplotkan konsentrasi ion logam dalam kesetimbangan versus ion logam teradsorpsi per massa adsorben. Berdasarkan analisis data diperoleh energi adsorpsi sebesar $16,5853 \text{ kJ/mol}$. Mengacu pada pemikiran Adamson (1990) yang menyatakan bahwa adsorpsi kimia melibatkan energi adsorpsi minimal $20,92 \text{ kJ/mol}$, maka pada adsorpsi ion Fe(III) lebih dominan terjadi interaksi fisik.



Gambar 3. Linearitas isoterm adsorpsi pada adsorpsi ion Fe(III)

Isoterm *Freundlich* merupakan isoterm yang menggambarkan sifat adsorpsi pada permukaan yang heterogen. Kemampuan adsorpsi pada setiap lapisan permukaan berbeda-beda (Dada, *et al.*; 2012). Kurva isoterm adsorpsi *Freundlich* merupakan kurva hubungan antara $\log q_e$ dan $\log C_e$. Pada Gambar 3. diperoleh

persamaan garis linear, maka dapat diketahui nilai $1/n = 0,1444$, $n = 6,9252$ dan $K_f = 41,557$. Hal ini mengindikasikan bahwa proses adsorpsi ion Fe(III) menggunakan silika dari limbah *leaching* zirkon dimungkinkan memiliki kemampuan adsorpsi yang berbeda pada setiap lapisan permukaan adsorben.

Berdasarkan grafik linearitas adsorpsi *Langmuir* dan *Freundlich*, menunjukkan bahwa proses adsorpsi ion Ion Fe(III) menggunakan silika dari limbah *leaching* zirkon mengikuti pola dari isoterm *Freundlich*. Hal ini diperkuat dengan nilai b (kapasitas adsorpsi) secara teoritis yang kurang sesuai dengan kapasitas adsorpsi yang diperoleh dalam eksperimen. Nilai n pada isoterm *Freundlich* yang cukup besar juga menunjukkan heterogenitas setiap lapisan permukaan adsorben cukup besar.

Simpulan

Silika dari limbah *leaching* zirkon dipreparasi dengan proses *leaching*, pencucian serta pengeringan. Karakteristik silika hasil preparasi adalah struktur *amorf*, luas permukaan sebesar $232,6873 \text{ m}^2/\text{g}$, dan ukuran mesopori. Pemanfaatan silika hasil preparasi sebagai adsorben ion Fe(III) mencapai kapasitas adsorpsi maksimum pada konsentrasi 150 ppm. Pola adsorpsi ion Fe(III) lebih mengikuti isoterm adsorpsi *Freundlich*.

Daftar Pustaka

- Adamson, A.W. 1990. *Physical Chemistry of Surfaces*, Edisi kelima. Toronto: John Wiley & Son
- Amri, A., Supranto, & M. Fakhrurozi. 2004. Kesetimbangan Adsorpsi Optional Campuran Biner Cd(II) dan Cr (III) dengan Zeolit Alam Terimpregnasi 2-Merkapto-benzotiazol. *Jurnal Natur Indonesia*, 6(2): 111-117
- Antom & Tomijoro. 1995. *Mengenal Pelapisan Logam (Elektroplating)*. Yogyakarta: Andi Offset
- Blais, J.F., B. Dufresne, & G. Mercier. 2000. State of The Art of Technologies for Metal Removal from Industrial Effluents. *Rev. Sci. Eau.*, 12(4): 687-711
- Dada, A.O., Olalekan, A.P., Olatunya, A.M., Dada, O. 2012. Langmuir, Freundlich, Temkin and Dubinin-Radushkevich Iso-terms Studies of Equilibrium Sorption of Zn^{2+} unto Phosphoric Acid Modified Rice Husk. *Journal of Applied Chemistry*, 3(2): 38-45
- Donia, A.M., A.A. Atia, A.M. Daher, O.A. Desouky, & E.A. Elshehy. 2011. Selective Separation of Th(IV) from Its Solution using Amine Modified Silica Gel Produced from Leached Zircon. *Journal Radioanal Nucl. Chem.*, 290(3): 297-306
- Fatimah, N., A.T. Prasetya, & W. Sumarni. 2014. Penggunaan Silika Gel Terimobilisasi *Aspergillus niger* untuk Adsorpsi Ion logam Ion Fe(III). *Indonesia Journal of Chemical Science*, 3(3): 1-5 Tersedia di <http://journal.unnes.ac.id/> [diakses 09-04-2015]
- Hendrawan, A. 2010. Adsorpsi Unsur Pengotor Larutan Natrium Silikat Menggunakan Zeolit Alam Karangnunggal. *Skripsi*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah
- Kalapathy, U., A. Proctor, & J. Shultz. 2000. A Simple Method for Production of Silica from Rice Hull As. *Bioresource Technology*, 73(2): 257-262
- Karyasa, I.W. 2014. Pembuatan Ultra Fine Amorphous Silica (Ufas) dari Jerami dan Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi*, 3(1): 263-274
- Nevivilanti, S., F.V. Wiranti, S. Sembiring. *Karakteristik Mullite dari Silika Sekam Padi Akibat Perlakuan Kalsinasi*. Prosiding SN SMAP. Lampung: Universitas Lampung
- Nuryono. 2003. *Sintesis Silika Gel Terenkapsulasi Enzim dari Abu Sekam Padi dan Aplikasinya untuk Biosensor*. Yogyakarta: Lembaga Penelitian UGM
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Yogyakarta: Rineka Cipta
- Poole, C. 2015. *Instrumental Thin-Layer Chromatography*. USA: Elsevier
- Rusmana, C.A., D. Onggo, & I. Mulyani. 2011. *Analisis Kolometri Kadar Besi(III) dalam Sampel Air Sumur dengan Metoda Pencitraan Digital*. Prosiding Simposium Nasional Inovasi pembelajaran dan Sains. Bandung: ITB
- Sulistyo, B. 2012. *Petunjuk Praktikum Proses Kimia*. Yogyakarta: STTN BATAN
- Umeda, J. & K. Kondoh. 2008. High-Purity Amorphous Silica Originated in Risk Husks via Carboxylic Acid Leaching Process. *Journal of Materials Science*, 43(22): 7084-7090