

Penyediaan Adsorben Berbasis Lempung Alam Melalui Berbagai Konsentrasi Aktivator Asam Sulfat

Muhdarina*, Nurhayati, A.Linggawati, T.A.Amri, Nurpiyenti, R.A.Sari

Laboratorium Sains Material, Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau
Kampus Binawidya, Jl.Prof.Dr.Mukhtar Luthfi Pekanbaru 28293
*Korespondensi: muhdarina.m@lecturer.unri.ac.id

ABSTRAK

Lempung alam Cengar berhasil diubah menjadi adsorben setelah melalui tahap kalsinasi 500°C dan aktivasi dengan asam sulfat dengan jumlah mol bervariasi. Kalsinasi dan akivasi di atas merupakan tahap-tahap dalam penyediaan koagulan cair yang kemudian dipisahkan melalui penyaringan. Padatan sisa penyaringan merupakan padatan lempung-asam sulfat (CAS) yang digunakan sebagai adsorben dalam penelitian ini. CAS selanjutnya dikalsinasi kembali pada 230 °C, dikarakterisasi dan diuji daya adsorpsinya. Karakter Si/Al dan kapasitas tukar kation (KTK) dari adsorben CAS ditentukan secara gravimetri dan spektrofotometri. Kemampuan adsorben diuji untuk mengadsorpsi kation Pb(II) dalam air melalui adsorbat Pb(NO₃)₂ 20 ppm pada waktu dan suhu yang bervariasi. Jumlah kation yang teradsorpsi diukur menggunakan metoda spektrometri serapan atom. Nisbah Si/Al dan KTK meningkat dengan peningkatan jumlah mol aktivator. Adsorben CAS cukup efisien digunakan sebagai adsorben untuk menjerap kation Pb(II) dari dalam air. Masing-masing adsorben mampu menjerap kation Pb(II) sebanyak 55% (CAS02), 58,5% (CAS04) dan (55,8% (CAS06) dengan waktu 90 menit dan temperatur 30 °C. Terbukti bahwa CAS sebagai hasil samping dari produksi koagulan cair berpotensi digunakan sebagai adsorben.

Kata kunci: adsorben, aktivator, asam sulfat, kalsinasi, lempung alam Cengar.

PENDAHULUAN

Potensi lempung di Propinsi Riau tercatat oleh **Direktorat Pengembangan Potensi Daerah BKPM (2010)** dengan cadangan sekitar 378.000.000 m³ yang dijumpai di Kabupaten Indragiri Hulu, yaitu di Kecamatan Siberida, Pasir Penyu, dan Peranap. Begitu pula di Kabupaten Siak, dijumpai endapan lempung yang tersebar pada 11 wilayah kecamatan dengan sumber daya total sekitar 6.537.500 ton. Salah satu sumber di antaranya, lempung di Kecamatan Bunga Raya mempunyai prospek untuk dikembangkan lebih lanjut (Zulfikar dkk, 2011). Lempung di lokasi yang lain juga telah dipelajari melalui beberapa penelitian, seperti lempung alam Cengar terbukti mengandung mineral kaolinit dan muskovit (Muhdarina dkk, 2008). Mineral yang sama juga dijumpai dalam lempung alam yang berasal dari DAS Siak dan Kampar (Linggawati dan Muhdarina, 2011).

Secara alami, mineral lempung telah berperan mengikat polutan-polutan yang dibawa oleh air di permukaan atau di dalam tanah. Peran tersebut terjadi melalui peristiwa adsorpsi



atau pertukaran ion. Oleh karena kelimpahannya di alam yang menyebabkan harganya relatif murah, maka lempung alam berpeluang sebagai kandidat adsorben yang menjanjikan. Ditambah lagi, efek pasca proses jika menggunakan lempung sebagai adsorben lebih sederhana bila dibandingkan dengan adsorben lain seperti karbon aktif, zeolit alam maupun sintetik atau resin penukar ion. Misalnya pada adsorben karbon aktif, diperlukan penanganan yang lebih intensif untuk membuang adsorben bekas yang pada gilirannya menjadi kurang ekonomis. Namun lempung yang ditemui di alam tidak berada sebagai mineral murni, tetapi bercampur dengan material lain yang menyebabkan penggunaannya tidak optimal, sehingga diperlukan langkah modifikasi.

Lempung alam Cengar telah dimodifikasi menggunakan beberapa senyawa pengimpregnasi, di antaranya asam asetat, asam klorida, ammonium asetat dan ammonium klorida. Hasil karakterisasi produk lempung terimpregnasi memberikan karakter luas permukaan spesifik dan kapasitas kation penukar yang berbeda. Hal yang menarik bahwa semua pengimpregnasi telah menurunkan jumlah kation Na yang sangat signifikan, tetapi rasio Si/Al relatif tidak terganggu (Muhdarina dkk, 2008). Lain pula jika lempung Cengar dipilar dengan ion Keggin. Setelah pilarisasi, selain terdapat mineral kaolinit dan muskovit, pada lempung Cengar terpilar dijumpai pula bentonit dengan kapasitas tukar kation yang lebih besar dari keadaan semula (Muhdarina dkk, 2010). Hal yang tak jauh berbeda jika lempung alam DAS Siak dan Kampar dipilar dengan senyawa pemilar yang sama, maka terjadi peningkatan kapasitas tukar kation dan situs asam-basa pada kedua lempung tersebut, tetapi terjadi penurunan luas permukaan dan rasio Si/Al (Linggawati dkk, 2011). Tindakan aktivasi lempung kaolinit menggunakan HCl 6N telah melepaskan puncak haloosit yang sebelumnya terdeteksi pada sampel awal (Sunardi dkk, 2010). Tampak dari beberapa laporan tadi bahwa perbedaan senyawa pemodifikasi atau aktivator menimbulkan efek yang berbeda terhadap karakter lempung. Tulisan ini membahas efek perlakuan aktivasi lempung alam Cengar dengan berbagai konsentasi aktivator asam sulfat pada karakter adsorben yang diperoleh dan kemampuannya dalam proses adsorpsi. Lempung yang telah diaktivasi oleh asam sulfat ini merupakan hasil samping dari produksi koagulan cair.

METODOLOGI

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan di antaranya oven (Gallenkamp), furnace (Vulcan seri A- 130), hot plate stirrer, ayakan (ukuran 100 dan 200 mesh), kertas saring whatman 42, waterbath

shaker (SIBATA-120), centrifuse, spektrofotometer (spektronik 20D), spektrofotometer serapan atom (*Rayleigh WFX* – 320) dan peralatan standar laboratorium lainnya. Sementara itu sebagai sampel untuk penyiapan adsorben adalah lempung alam Cengar dengan aktivator asam sulfat (H_2SO_4 96 %, Merck). Zat-zat untuk karakterisasi antara lain NH_4Cl , KCl , HgI_2 , KI , $NaOH$, HNO_3 pekat p.a dan HCl pekat p.a, semuanya buatan Merck dan kation uji dari garam $Pb(NO_3)_2$ keluaran Fisher Scientific Company.

Kalsinasi dan aktivasi lempung alam Cengar

Lempung alam Cengar (selanjutnya dikenali dengan CA) dengan ukuran (mesh) $100 \leq x < 200$ ditimbang kuantitatif sebanyak 35 g dan dikalsinasi di dalam furnace pada temperatur $500^{\circ}C$ selama 3 jam. Lempung terkalsinasi kemudian ditambahkan ke dalam 420 mL H_2SO_4 masing-masing dengan kadar (mol) 0,2 ; 0,4 dan 0,6 di dalam erlenmeyer 1L pada temperatur $30^{\circ}C$ selama 1 jam dan kecepatan pengadukan 500 rpm. Campuran tersebut disaring dengan kertas saring whatman 42 dengan bantuan pompa vakum. Filtrat hasil saringan merupakan produk utama, sebagai koagulan cair (disimpan), sedangkan pasta di atas kertas saring digunakan sebagai sampel adsorben dalam kajian ini. Pasta ini selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu $105^{\circ}C$ sampai diperoleh berat konstan dan dipanaskan kembali pada suhu $230^{\circ}C$ selama 5 jam. Lempung terakhir ini disebut sebagai lempung - asam sulfat (CAS) diikuti dengan kode mol asam yang digunakan. CAS didinginkan dalam desikator dan siap untuk dikarakterisasi.

Keterangan sampel:

CAS02 : lempung Cengar teraktivasi sulfat – 0,2 mol

CAS04 : lempung Cengar teraktivasi sulfat – 0,4 mol

CAS06 : lempung Cengar teraktivasi sulfat – 0,6 mol

Karakterisasi

Parameter yang dikarakterisasi meliputi kapasitas tukar kation dan nisbah Si/Al di dalam CA dan CAS. Masing-masing parameter ditentukan dengan alat spektrofotometer dan metoda gravimetri.

Efek konsentrasi aktivator pada daya adsorpsi kation Pb(II) oleh CAS

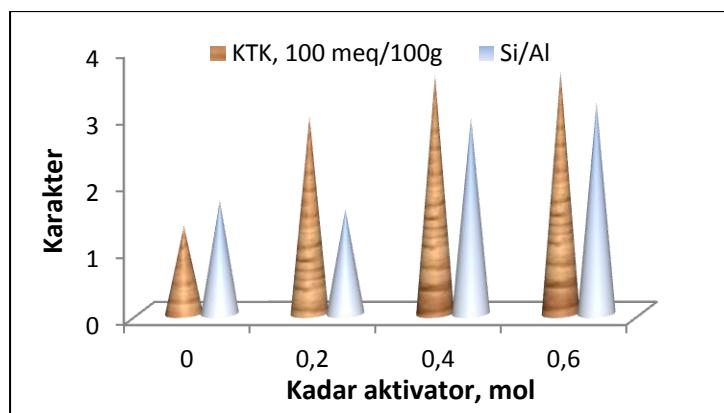
Kemampuan adsorpsi CAS terhadap kation P(II) di dalam air diamati pada waktu kontak dan temperatur yang berbeda. Percobaan dilakukan pada skala laboratorium dan sistem batch. Sebanyak 10 ml larutan Pb(II) nitrat 20 ppm di dalam air dikontakkan dengan setiap adsorben CAS dengan berat 0,1 g. Jumlah kation Pb(II) yang teradsorpsi pada setiap

CAS ditentukan secara spektrofotometer serapan atom, dihitung melalui selisih antara jumlah kation awal yang tersedia di dalam larutan dengan yang tinggal di dalam larutan setelah proses adsorpsi.

HASIL DAN DISKUSI

1. Karakter Si/Al dan Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Menurut Gambar 1 nilai KTK lempung Cengar setelah aktivasi mengalami peningkatan dibandingkan keadaan awalnya, begitu pula peningkatan kadar aktuator asam sulfat memberi efek terhadap kenaikan KTK dalam adsorben CAS. Asam sulfat sebagai sumber proton akan menyumbangkan proton, sekaligus terjadi pertukaran dengan kation-kation di permukaan lempung, sehingga di permukaan adsorben CAS yang baru seragam oleh kation H^+ . Fakta ini membuktikan langkah aktivasi telah mampu menyeragamkan permukaan adsorben. Hasil yang berbeda dilaporkan oleh Ujeneza et al (2014) untuk lempung bentonit yang diaktivasi dengan asam sulfat ternyata jumlah KTK menurun dengan peningkatan konsentrasi aktuator. Dengan demikian nampak bahwa sumber lempung juga berpengaruh terhadap tindakan aktivasi yang diberikan.



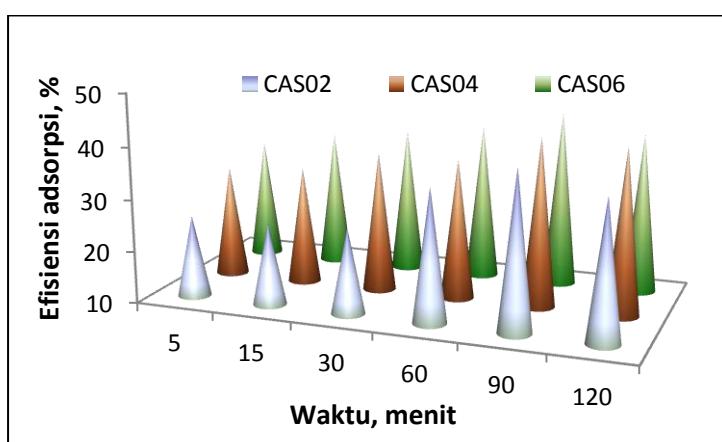
Gambar 1. Hubungan kadar aktuator dengan karakter KTK dan Si/Al di dalam CAS

Kecenderungan yang sama juga ditunjukkan oleh nisbah Si/Al adsorben CAS. Nisbah Si/Al di dalam adsorben dihitung dari kadar (%) oksida kedua logam Si dan Al yang muncul setelah proses aktivasi, lalu dikonversi ke dalam kadar (%) unsur Si dan Al di dalam CAS. Proses aktivasi dan peningkatan kadar aktuator, keduanya telah meningkatkan nisbah Si/Al di dalam CAS, seperti ditampilkan di dalam Gambar 1. Peningkatan nisbah Si/Al disebabkan oleh pencucian beberapa aluminium dari kerangka

lempung oleh aktivator asam, akibatnya kadar silikon bertambah dan sebagai efeknya maka nisbah Si/Al bertambah pula.

2. Kinerja CAS Terhadap Waktu dan Temperatur Proses Adsorpsi Kation Pb(II)

Gambar 2 memperlihatkan efisiensi adsorpsi adsorben CAS terhadap kation Pb(II) dari larutan terhadap waktu kontak adsorbat dengan CAS. Difusi kation ke permukaan adsorben CAS melaju dengan cepat dari waktu 30 sampai 90 menit. Kecepatan difusi kation menggambarkan banyaknya situs adsorpsi yang kosong pada tahap awal, dengan penambahan waktu kontak menyebabkan jumlah situs kosong terus berkurang (Ujeneza et al, 2014) . Data menunjukkan efisiensi adsorpsi optimum kation Pb(II) terjadi pada waktu kontak 90 menit masing-masing sebanyak 40,3; 42,4 dan 43,9 % berturut-turut untuk CAS02, CAS04 dan CAS06. Di atas waktu tersebut tidak lagi terjadi adsorpsi, melainkan desorpsi kation dari permukaan adsorben menuju badan larutan. Kejadian ini diduga disebabkan oleh tindakan pengadukan selama proses adsorpsi.

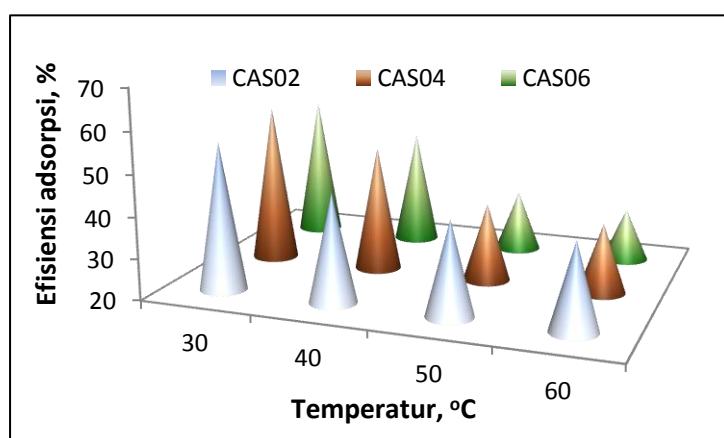


Gambar 2. Efisiensi adsorpsi kation Pb(II) oleh adsorben CAS versus waktu kontak ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 20 ppm, volume 10 mL, temperatur 30 °C, berat adsorben 0,1 g).

Melalui Gambar 2 di atas ternyata efisiensi adsorpsi Pb(II) meningkat seiring peningkatan mol aktivator untuk mengaktifkan lempung alam. Adsorpsi kation pada adsorben CAS didukung oleh kapasitas tukar kation (KTK) yang dimilikinya. Sesuai dengan Gambar 1 nilai KTK pada CAS06 > CAS04 > CAS02, maka dengan demikian adsorben CAS06 memiliki efisiensi adsorpsi lebih tinggi dari dua adsorben yang lain, CAS02 dan CAS04.

Menurut Gambar 3 efisiensi adsorpsi masing-masing adsorben terhadap kation Pb(II) pada temperatur 30°C adalah CAS02 (55%), CAS04 (58,5%) dan CAS06 (55,8%). Efisiensi adsorpsi adsorben CAS berkurang dengan kenaikan temperatur, artinya proses adsorpsi disini tidak memerlukan energi yang tinggi, sehingga dengan demikian proses

adsorpsi berjalan secara eksotermis.. Kasus yang sama juga dilaporkan oleh Gupta dan Bhattacharyya (2008) untuk adsorpsi Pb(II), Cd(II) dan Ni(II) pada kaolinit. Kenyataan ini merupakan efek dari interaksi logam-permukaan adsorben yang membebaskan sejumlah daya sesuai pendapat Shahwan et al. (2006). Alasan lain, pada suhu tinggi interaksi di antara kation dengan permukaan lempung dan sesama kation tidak stabil dan lemah sehingga kation bebas kembali dan meninggalkan permukaan adsorben (Bhattacharyya and Gupta, 2008). Kejadian ini membuktikan adanya proses desorpsi seperti telah dinyatakan pada Gambar 1.



Gambar 3. Efisiensi adsorpsi kation Pb(II) oleh adsorben CAS versus temperatur proses adsorpsi ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 20 ppm, volume 10 mL, berat adsorben 0,1 g, waktu 90 menit).

KESIMPULAN

Aktivasi lempung alam Cengar menggunakan asam sulfat dapat menghasilkan adsorben dengan karakter Si/Al dan kapasitas tukar kation yang tinggi serta efisiensi penyerapan yang cukup tinggi terhadap kation Pb(II). Kadar asam aktivator yang lebih tinggi untuk mengaktifkan lempung alam Cengar memberikan karakter dan daya adsorpsi yang lebih tinggi pula. Efisiensi adsorpsi adsorben lempung-asam sulfat terhadap kation Pb(II) berturut-turut adalah CAS02 (55%), CAS04 (58,5%) dan CAS06 (55,8%) dengan waktu kontak 90 menit dan temperatur proses 30 °C. Dengan demikian CAS sebagai hasil samping dari produksi koagulan cair cukup efisien dimanfaatkan sebagai adsorben, khususnya untuk adsorpsi kation logam di dalam air.

PUSTAKA

- Bhattacharyya, K.G. and Gupta. S.S. 2008. Influence of acid activation on adsorption of Ni(II) and Cu(II) on kaolinite and montmorillonite: Kinetic and thermodynamic study. *Chemical Engineering Journal*. 136 : 1–13.

Direktorat Pengembangan Potensi Daerah BKPM., 2010.

<http://regionalinvestment.bkpm.go.id/newsipid/> [akses 20 Maret 2012].

Gupta, S.S. and Bhattacharyya, K.G. 2008. Immobilization of Pb(II), Cd(II) and Ni(II) Ions on Kaolinite and Montmorillonite Surfaces from Aqueous Medium. *Journal of Environmental Management*. 87: 46–58.

Linggawati,A & Muhdarina., 2011. Identifikasi dan Karakterisasi Lempung Alam Daerah Aliran Sungai Siak dan Kampar Untuk Persiapan Adsorben. *Artikel Penelitian Berbasis Laboratorium*, FMIPA Universitas Riau.

Linggawati,A. Nurhayati & Muhdarina., 2011. Aktivasi Lempung Alam Daerah Aliran Sungai Siak dan Kampar Untuk Penjernihan Air. *Artikel Penelitian Berbasis Laboratorium*. FMIPA Universitas Riau.

Muhdarina, Mohammad, A.W. & Bahri, S., 2008. Characterization of Modified Cengar natural clay. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Oleo & Petrokimia Indonesia 2008*, Pekanbaru. ISSN 1907-0500. p.1-6.

Muhdarina., Mohammad, A.W. Nurhayati dan Bahri, S., 2010. Karakter dan Potensi Adsorpsi Lempung Cengar Terpilar Terhadap Kation Cu(II) Dalam Media Air. Di dalam Awaluddin, A. Linggawati, A. Nurulita, Y (Eds). *Prosiding SEMIRATA Bidang MIPA BKS PTN Barat ke 23*. Pekanbaru 10-11 Mei 2010. ISBN 978-979-1222-92-1. (Jilid 1). p. 696-702.

Shahwan,T. Erten, H.N. and Unugur, S., 2006. Priority communication: A characterization study of some aspect of the adsorption of aqueous Co^{2+} ions on natural bentonite clay. *Journal of Colloid and Interface Science*. 300: 447-452.

Sunardi, Arryanto, T and Sutarno., 2010. Adsorption of Gibberellic Acid (Ga3) onto Acid Activated Kaolin. *Indo. J. Chem*, 10: 320 – 326.

Ujeneza, E. Njenga, H.N. Mbui, D.N and Kariuki, D.N., 2014. Optimization of Acid Activation Conditions for Athi River Bentonite Clay and Application of the Treated Clay in Palm Oil Bleaching. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 7: 29-38.

Zulfikar, Raja,P.M dan Labaik, G., 2011. Inventarisasi Mineral Non Logam di Kabupaten Siak, Provinsi Riau, *Prosiding Hasil Kegiatan Pusat Sumber Daya Geologi Tahun 2011*, Buku 2: Bidang Mineral.

