

DIK RUTIN



LAPORAN KEGIATAN

**KINETIKA ADSORPSI BESI(III) DALAM MEDIUM
AIR PADA ZEOLIT ALAM TERMODIFIKASI
2-MERKAPTOBENZOTIASOL**

Oleh

Dra. Sriyanti, M.Si
Dra. Taslimah, M.Si

Biaya Oleh Dana DIK Rutin Universitas Diponegoro, Sesuai Surat Perjanjian
Pelaksanaan Penelitian Tanggal 1 Mei 2003 Nomor : 02/J07 11/PJJ/PL/2003

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO
OKTOBER 2003

UPT-PUSTAK-UNDIP

No. Daft.: 149/K1/MIPA/Sl.

Tgl : 15 - 7 - 2004

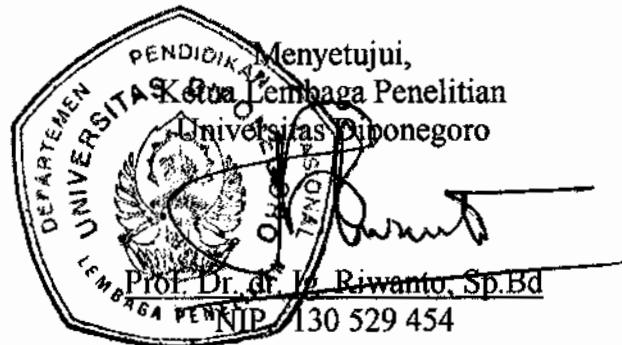
LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN DIK RUTIN

1. a. Judul Penelitian : Kinetika Adsorpsi Besi(III) dalam Medium Air pada 2-Merkaptobenzotiazol Terimpregnasi pada Zeolit alam
b. Bidang Ilmu : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
c. Kategori Penelitian : Pengembangan IPTEKS
2. Ketua Peneliti :
a. Nama Lengkap & Gelar : Dra. Sriyanti, M.Si
b. Jenis Kelamin : Wanita
c. Gol/Pangkap/NIP : IIIb/Penata Tk.I /132 087 436
d. Jabatan Fungsional : Lektor
e. Jabatan Struktural : -
f. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
g. Pusat Penelitian : Lembaga Penelitian (LEMLIT) UNDIP Semarang
3. Jumlah Anggota Peneliti : 1 (satu) orang
a. Nama Anggota Peneliti I : Dra. Taslimah, M.Si
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro Semarang
5. Kerjasama dengan Institusi Lain : -
6. Jangka waktu Penelitian : 6 (enam) bulan
7. Biaya yang dibelanjakan : Rp. 3.000.000,-
(Tiga Juta Rupiah)

Semarang, Oktober 2003

Ketua Peneliti


Dra. Sriyanti M.Si
NIP. 132 087 436



RINGKASAN

KINETIKA ADSORPSI BESI(III) DALAM MEDIUM AIR PADA ZEOLIT ALAM TERMODIFIKASI 2-MERKAPTOBENZOTIAZOL

Oleh: Sriyanti dan Taslimah
Tahun 2003, 24 halaman

Besi(III) merupakan salah satu logam berat yang berpotensi sebagai polutan bagi lingkungan perairan, sehingga perlu diupayakan penurunan/pengurangan jumlahnya. Salah satu metode yang banyak dikembangkan adalah adsorpsi, baik menggunakan bahan alam maupun sintetis. Zeolit alam merupakan bahan yang banyak digunakan sebagai adsorben, tetapi karena homogenitas situs aktifnya rendah, maka perlu dilakukan modifikasi terhadap permukaannya.

Secara umum penelitian ini bertujuan untuk mengkaji kinetika adsorpsi ion logam berat pada adsorben berbasis zeolit alam, khususnya menentukan konstanta laju adsorpsi Fe(III) dalam medium air pada adsorben 2-merkaptobenzotiazol terimpregnasi pada zeolit alam dan memperkirakan jenis interaksi yang berperan dalam adsorpsi.

Modifikasi terhadap permukaan zeolit alam dapat dilakukan dengan perlakuan fisikokimia, meliputi pemanasan 80°C dalam campuran a). KMnO_4 dengan H_2SO_4 ; b). KMnO_4 dengan HCl dan c). KMnO_4 dengan H_2SO_4 , dilanjutkan dengan HCl . Zeolit hasil perlakuan fisikokimia selanjutnya diimpregnasi dengan bahan organik 2-Merkaptobenzotiasol sesudah dilapisi dengan polistirena. Padatan yang dihasilkan selanjutnya digunakan sebagai adsorben A, B dan C. Karakterisasi zeolit alam dan pengaruh perlakuan fisikokimia dilakukan dengan spektroskopi inframerah. Kajian kinetika dilakukan dengan variasi waktu kontak terhadap banyaknya besi(III) yang teradsorpsi menggunakan metode *batch*. Model kinetika Langmuir-Hinshelwood digunakan untuk mengestimasi besarnya konstanta laju, konstanta kesetimbangan dan perubahan energi bebas adsorpsi. Sebagai evaluasi digunakan pula model kinetika adsorpsi melalui dua proses, cepat dan lambat.

Hasil penelitian menunjukkan perlakuan fisikokimia terhadap zeolit alam menyebabkan perubahan pada struktur zeolit, terlihat dari spektra inframerah, bahwa

perlakuan fisikokimia menggunakan dua jenis asam (H_2SO_4 dan HCl) menyebabkan dealuminasi yang lebih tinggi dibanding hanya menggunakan salah satu asam saja. Model kinetika Langmuir-Hinshelwood menghasilkan parameter konstanta laju adsorpsi (k_1) sebesar $0,39 \times 10^{-2}$ menit $^{-1}$ untuk adsorben C dan lebih lambat dibanding adsorben A dan B ($5,98 \times 10^{-2}$ dan $4,02 \times 10^{-2}$ menit $^{-1}$), melibatkan energi bebas adsorpsi dalam kisaran (-) 18,144 sampai (-)16,124 kJ/mol. Model adsorpsi dua proses menghasilkan parameter-parameter konstanta laju cepat (k_c) sebesar $3,66 \times 10^{-2}$ menit $^{-1}$ untuk adsorben C, dan jauh lebih lambat dibanding adsorben A dan B (51,347 dan 55,05 menit $^{-1}$); konstanta laju lambat (k_l) sebesar 0,106 menit $^{-1}$ untuk adsorben C yang hampir sama dengan adsorben A dan B (0,145 dan 0,140 menit $^{-1}$). Energi bebas adsorpsi yang terlibat berkisar (-)9,911 sampai (+) 0,199 kJ/mol.

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa penggunaan asam yang berbeda pada perlakuan fisikokimia terhadap zeolit alam menyebabkan perilaku adsorpsi dari adsorben yang dihasilkan terhadap besi(III) berbeda pula. Perlakuan dengan dua jenis asam terhadap zeolit alam menyebabkan adsorben yang dihasilkan mengadsorpsi besi(III) secara lambat. Dari kisaran energi adsorpsi besi(III) pada adsorben zeolit alam terimpregnasi 2-merkaptobenzotiazol merupakan adsorpsi fisik.

SUMMARY

ADSORPTION KINETICS OF IRON(III) IN AQUEOUS MEDIUM ON NATURAL ZEOLITE MODIFIED BY 2-MERCAPTOBENZOTHIAZOLE

By: Sriyanti and Taslimah
2003, 24 pages

Iron(III) is one of weight metal who has tendency as pollutant in aquatic environment, so must be decrease/deconcentration. Adsorption by natural material or synthethic most were used. Natural zeolite is one of material was used as adsorbent, but its actif sites have low homogenity, so modified must be done to their surface.

This research has purpose to study adsorption kinetics of weight metal on adsorbent was supported by natural zeolite, especially to estimate rate constant adsorption of iron(III) on 2-mercaptobenzothiazole impregnated on natural zeolite and study of interaction between iron(III) and the adsorbent.

Several treatments on the natural zeolite were done to include heating (80°C): in a). $\text{KMnO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$ mixture, b). $\text{KMnO}_4 - \text{HCl}$ mixture and c). in $\text{KMnO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$ mixture followed by HCl addition. Moreover, zeolite was impregnated by 2-mercaptobenzothiazole after coating with a layer of polystirene. These material were used as adsorbent A, B and C. Infra Red Spectroscopy was used in characterization. The adsorption kinetics models proposed by Langmuir and Hinshelwood was utilized in estimating the adsorption rate, adsorption equilibrium constant and energy involved in the adsorption. For evaluation purpose, two steps adsorption kinetics model was used.

The results showed that the $\text{KMnO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4 - \text{HCl}$ preliminary treatment on natural zeolite was found to be the most effective way in decreasing aluminum (dealumination) of the natural zeolite as indicated by infra red spectra. The Langmuir-Hinshelwood model showed that rate constant (k_1) of $0.39 \times 10^{-2} \text{ minute}^{-1}$ for C adsorbent, was lower than A and B (5.98×10^{-2} and $4.02 \times 10^{-2} \text{ minute}^{-1}$), the energy involved in the interaction were in the range (-)18.144 to (-) 16.124 kJ/mol. But the two steps kinetics adsorption showed the fast rate constant (k_e) of $3.66 \times 10^{-2} \text{ minutes}^{-1}$ for C adsorbent, was lower than A and B (51.347 and $55.05 \text{ minute}^{-1}$); low rate constant (k_l) of $0.106 \text{ minute}^{-1}$ for C adsorbent, almost same as A and B (0.145 and $0.140 \text{ minute}^{-1}$). The energy involved in the adsorption in the range (-)9.11 to (+) 0.199 kJ/mol.

The conclusion from this research were adsorbent with preliminary treatment on natural zeolite with two different acids give lowest adsorption to iron(III), and adsorption iron(III) energy data was indicated physically adsorption.

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Science, Diponegoro University

Number: 02/J07 11/PJJ/PL/2003

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah yang maha Pengasih, yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian ini. Laporan penelitian ini disusun berdasarkan penelitian yang didanai oleh DIK RUTIN Universitas Diponegoro dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Penelitian tanggal 1 Mei 2003 Nomor: 02/J07 11/PJJ/PL/2003.

Selesainya penelitian dan penyusunan laporan ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan kali ini penulis ucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Rektor Universitas Diponegoro selaku pengelola Universitas melalui program DIK RUTIN.
2. Dekan Fakultas MIPA Universitas Diponegoro sebagai pengelola fakultas dalam penyediaan fasilitas-fasilitas penelitian.
3. Ketua Lembaga Penelitian Universitas Diponegoro.
4. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro.
5. Kepala Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Diponegoro.
6. Bp. Dr. Nuryono,MS atas makalah-makalah yang diberikan.
7. Staf Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA UNDIP
8. Semua pihak yang telah membantu dalam penelitian maupun penyusunan laporan yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu.

Semoga Allah membalas dengan kasih sayang dan rahmat-Nya.

Dengan segala keterbatasannya, laporan penelitian ini diharap ikut memberikan sumbangan bagi kemajuan ilmu pengetahuan. Amin.

Semarang, Oktober 2003

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

| | |
|---|------|
| LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN..... | ii |
| RINGKASAN DAN <i>SUMMARY</i> | iii |
| PRAKATA..... | iv |
| DAFTAR ISI..... | v |
| DAFTAR TABEL..... | vi |
| DAFTAR GAMBAR..... | vii |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | viii |
| I. PENDAHULUAN | |
| I.1 Latar Belakang Masalah..... | 1 |
| I.2 Perumusan Masalah..... | 2 |
| I.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian..... | 2 |
| II. TINJAUAN PUSTAKA | |
| II.1 Zeolit Alam Sebagai Padatan Pendukung..... | 3 |
| II.2 Adsorpsi..... | 4 |
| III. METODE PENELITIAN | |
| III.1 Bahan Penelitian..... | 9 |
| III.2 Alat Penelitian..... | 9 |
| III.3 Cara Penelitian..... | 10 |
| IV. HASIL DAN PEMBAHASAN | |
| IV.1 Hasil Penelitian..... | 12 |
| IV.2 Pembahasan..... | 14 |
| V. KESIMPULAN | |
| V.1 Kesimpulan..... | 22 |
| V.2 Saran..... | 22 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 23 |
| LAMPIRAN..... | 25 |

DAFTAR TABEL**Halaman**

| | |
|--|----|
| Tabel 4.1 Pengaruh waktu interaksi terhadap adsorpsi ion besi(III)..... | 14 |
| Tabel 4.2 Harga-harga parameter laju adsorpsi menurut persamaan Langmiur-Hinshelwood..... | 18 |
| Tabel 4.3 Harga-harga parameter laju adsorpsi menurut pendekatan dua proses..... | 20 |

DAFTAR GAMBAR

| | Halaman |
|---|----------------|
| Gambar 2.1 Struktur sisi aktif dalam zeolit..... | 3 |
| Gambar 4.1 Spektra inframerah dari zeolit yang digunakan..... | 12 |
| Gambar 4.2 Spektra inframerah untuk zeolit alam dengan penambahan KMnO ₄ dan H ₂ SO ₄ dalam refluks selama 4 jam..... | 13 |
| Gambar 4.3 Spektra inframerah untuk zeolit alam dengan penambahan KMnO ₄ dan HCl dalam refluks selama 4 jam..... | 13 |
| Gambar 4.4 Spektra inframerah untuk zeolit alam dengan penambahan KMnO ₄ , H ₂ SO ₄ dan HCl dalam refluks selama 4 + 5 + 3 jam..... | 14 |
| Gambar 4.5 Impregnasi MBT pada zeolit alam melalui jembatan polistirena..... | 18 |
| Gambar 4.6 Persentase Fe(III) yang teradsorpsi pada berbagai waktu interaksi.... | 18 |

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

| | |
|---|----|
| Lampiran 1: Kajian kinetika adsorpsi besi(III) pada adsorben MBT-zeolit alam dengan persamaan kinetika adsorpsi Langmuir-hinshelwood..... | 25 |
| Lampiran 2: Kajian kinetika adsorpsi besi(III) pada adsorben MBT-zeolit alam dengan persamaan kinetika adsorpsi Order 1..... | 27 |
| Lampiran 3: Kajian kinetika adsorpsi besi(III) pada adsorben MBT-zeolit alam dengan persamaan kinetika adsorpsi tahap lambat..... | 29 |
| Lampiran 4: Personalia Penelitian..... | 31 |

I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Masalah

Logam terlarut dapat menjadi polutan yang mempunyai efek toksik pada organisme hidup apabila bereaksi dengan molekul yang memiliki aktivitas biologi, seperti misalnya berbagai jenis enzim terutama metaloenzim dalam tubuh makhluk hidup. Logam-logam terutama logam berat yang berpotensi mencemari lingkungan di antaranya adalah perak(Ag), merkuri(Hg), krom(Cr), kadmium(Cd), besi(Fe), timbal(Pb), timah(Sn) dan lain-lain (Freedman, 1995).

Masalah lain yang ditimbulkan oleh logam terlarut adalah pada industri proses bahan kimia di mana ion-ion logam menjadi salah satu faktor yang menimbulkan masalah pada peralatan dan jalannya proses kerja seperti korosi dan terjadinya perubahan warna pada produk (Conway,1999).

Berbagai usaha telah dilakukan untuk menurunkan konsentrasi logam terlarut, terutama logam-logam berat dalam lingkungan perairan. Salah satu metode yang berkembang pesat adalah adsorpsi, karena selain mudah dilakukan, juga efektivitasnya cukup tinggi dan biaya yang diperlukan cukup rendah. Adsorben yang paling umum dipakai adalah karbon aktif, alumina, silika gel dan zeolit (Oscik, 1982).

Untuk memperluas kegunaan suatu adsorben salah satunya adalah dengan memodifikasi permukaannya menggunakan senyawa atau molekul yang mempunyai gugus fungsional tertentu yang dikehendaki seperti -SH, -NH- atau -COOH. Filho(1995) memodifikasi permukaan lempung dengan mengimpregnaskan 2-Merkaptobenzotiazol(MBT) dan hasilnya ternyata mampu mengadsorpsi logam-logam berat, terutama Hg(II) dengan baik. Sriyanti dkk.(2001) melaporkan bahwa MBT yang diimpregnaskan pada padatan pendukung zeolit alam setelah dipanaskan dalam campuran: a). KMnO₄ dengan H₂SO₄, b). KMnO₄ dengan HCl dan c). KMnO₄ dengan H₂SO₄ dilanjutkan dengan HCl mampu mengadsorpsi kadmium(II) dan besi(III) dengan kecenderungan yang berbeda. Dari kajian kinetika adsorpsi Cd(II) pada ketiga adsorben (Sriyanti,2002) menunjukkan bahwa adsorpsi Cd(II) pada ketiga adsorben dapat dikategorikan sebagai adsorpsi kimiawi. Dilihat dari perbedaan sifat antara Cd(II) dan Fe(III), di mana Cd(II) merupakan asam lunak sedangkan Fe(III) merupakan asam keras diharapkan interaksinya dengan gugus -SH dari adsorben yang merupakan basa lunak akan memperlihatkan dampak yang berbeda. Untuk itu diperlukan suatu kajian kinetika adsorpsi Fe(III) dengan ketiga adsorben tersebut untuk melihat kecenderungan sifat

adsorpsinya sehingga dapat dikembangkan lebih lanjut untuk jenis-jenis logam berat yang lain yang kemungkinan mempunyai kecenderungan sebagai polutan dalam perairan.

I.2 Perumusan Masalah

Impregnasi 2-merkaptobenzotiazol(MBT) pada zeolit alam bertujuan untuk memodifikasi permukaan zeolit alam yang sebelumnya didominasi oleh basa keras -OH pada permukaannya menjadi basa lunak -SH dari MBT yang diharapkan berperan sebagai situs aktif adsorben, sehingga proses adsorpsi akan melibatkan interaksi asam-basa antara asam lunak (ion logam) dengan basa lunak dari adsorben. Besi(III) merupakan asam keras sehingga diharapkan tidak berinteraksi dengan baik dengan adsorben, tetapi kenyataannya adsorben yang dihasilkan mampu mengadsorpsi Fe(III), sehingga dimungkinkan ada mekanisme selain interaksi asam-basa yang mungkin terlibat dalam adsorpsi Fe(III) dengan adsorben MBT-zeolit alam. Dengan mengetahui laju adsorpsinya diharapkan mampu mengungkap kemungkinan jenis interaksi Fe(III) terhadap adsorben MBT-zeolit alam

I.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian

Secara umum penelitian ini bertujuan untuk mengkaji linetika adsorpsi ion logam berat pada adsorben berbasis zeolit alam, sedangkan tujuan khususnya adalah menentukan konstanta laju adsorpsi Fe(III) dalam medium air pada adsorben 2-merkaptobenzotiazol terimpregnasi pada zeolit alam dan memperkirakan jenis interaksi yang berperan dalam adsorpsi.

Dari penelitian ini diharapkan memberikan sumbangan dalam pencarian metode yang efektif untuk menurunkan konsentrasi polutan logam berat dalam perairan khususnya logam Fe(III) dan menambah perbendaharaan tentang metode modifikasi permukaan padatan terutama zeolit alam dengan bahan organik.