

Aktivasi Zirkonium Silikat (ZrSiO_4) Untuk Adsorben Pendegradasi Metilen Biru Dengan Metode Aktivasi Termal

1st Yolanda Maryani Jenatu

Fakultas Teknik Elektro,
Universitas Telkom
Bandung, Indonesia

yolandamaryanijenatu@student.telkom
university.ac.id,

2nd Abrar

Fakultas Teknik Elektro,
Universitas Telkom
Bandung, Indonesia

[abrarselah@student.telkomuniversity.a
c.id](mailto:abrarselah@student.telkomuniversity.ac.id)

3rd Dani Gustaman Syarif

Fisika Bahan, Pusat Sains dan
Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT)
BATAN Bandung
danigus@batan.go.id

Abstrak — Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh luas permukaan zirkonium silikat (ZrSiO_4) sebesar $10.365 \text{ m}^2/\text{g}$, dengan ukuran partikel (D) sebesar 126.945 nm . Zirkonium silikat (ZrSiO_4) memiliki struktur kristal tetragonal dengan ukuran kristal untuk temperatur 700°C , 600°C , dan 500°C berturut-turut adalah sebesar 50.9369 nm , 47.5481 nm , dan 52.8192 nm . Berdasarkan nilai korelasi (R^2) analisis isoterm *Langmuir* lebih mendekati data eksperimen dibandingkan dengan isoterm *Freundlich* dengan nilai korelasi (R^2) sebesar 0.8176 yang menunjukkan bahwa proses adsorpsi lebih didominasi oleh penyerapan *monolayer*, dengan nilai kapasitas adsorpsi maksimum (q_m) sebesar 19.763 mg/g . Kinetika adsorpsi yang terjadi mengikuti model kinetika orde 2 dengan nilai korelasi (R^2) yang paling mendekati 1 dan konstanta laju reaksi terbesar terjadi pada konsentrasi 5 ppm sebesar (k_2) $0.6668 \text{ menit}^{-1}$.

Kata kunci— aktivasi, zirkonium silika (ZrSiO_4), adsorpsi, XRD, *Surface Area Meter*

I. PENDAHULUAN

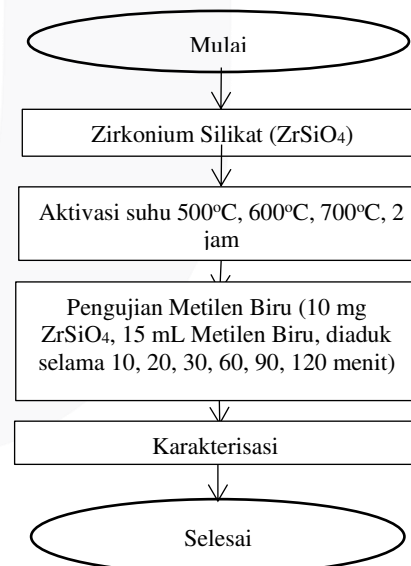
Pasir zirkon atau zirkonium silika (ZrSiO_4) merupakan mineral yang bersifat tahan korosi dan mempunyai kestabilan yang baik pada temperatur tinggi. Pasir zirkon tidak larut dalam air namun larut dalam larutan asam serta dapat mengendap pada larutan basa[1]. Zirkon merupakan material penting dalam industri keramik, misalnya diaplikasikan pada industri keamanan nuklir, mikroelektronik, proteksi lapisan, *fuel cells*, abrasif, sensor oksigen, dan sebagai bahan pengecoran logam. Dalam bidang industri perhiasan atau optik, zirkon memiliki peran khusus karena memiliki indeks bias yang relatif tinggi yaitu 1,92. Ditinjau dari sifat listrikmagnetnya, zirkon adalah nonkonduktor dan nonmagnetik, yang dapat dengan mudah dipisahkan dengan mineral berat lainnya dengan memanfaatkan perbedaan berat jenis, perbedaan sifat magnetik, dan perbedaan sifat konduktivitasnya[2].

Pada penelitian ini akan dibahas mengenai aktivasi zirkonium silika (ZrSiO_4) sebagai adsorben pendegradasi metilen biru dengan menggunakan metode aktivasi termal. Proses penelitian ini akan dilakukan dengan memvariasikan temperatur aktivasi yaitu 500°C , 600°C , dan 700°C . Karakterisasi sampel zirkonium silikat dilakukan dengan

menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui sifat kristalnya dan *Surface Area Meter* dengan metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan zirkonium silikat. Hasil variasi temperatur kemudian diaplikasikan sebagai adsorben pendegradasi metilen biru dengan memvariasikan temperatur aktivasi dan konsentrasi metilen biru. Hasil pengujian akan dianalisis menggunakan persamaan isoterm *Langmuir*, *Freundlich*, dan kinetika adsorpsi untuk mengetahui daya adsorpsi dari zirkonium silikat.

II. KAJIAN TEORI

A. Diagram Alir Penelitian



GAMBAR 1.
Diagram Alir Penelitian

Pada Gambar 1 diatas dapat dilihat tahapan-tahapan yang dilakukan selama proses penelitian yang dimulai dari penyiapan sampel zirkonium silika (ZrSiO_4) yang akan diaktivasi dengan temperatur yang berbeda yaitu 500°C , 600°C , dan 700°C . Setelah proses aktivasi dilakukan kemudian sebanyak 10 mg sampel zirkonium silika dari masing-masing temperatur yang berbeda akan diuji dengan

melarutkan sampel zirkonium silika kedalam larutan zat warna metilen biru sebanyak 15mL dengan waktu pengadukan selama 10-120 menit. Proses pengujian dilakukan dengan memvariasikan temperatur aktivasi dan variasi konsentrasi metilen biru. Proses karakterisasi dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dari sampel zirkonium silika dengan menggunakan *Surface Area Meter* dan ukuran kristal menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Setelah semua tahapan-tahapan dilakukan maka akan diperoleh hasil dan kesimpulan akhir dari penelitian yang telah dilakukan.

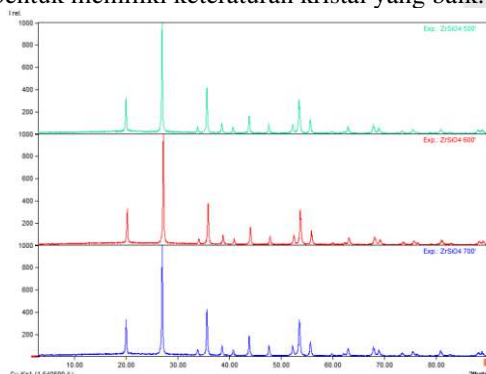
B. Pengujian Zirkonium Silikat sebagai Adsorben Metilen Biru

Sampel zirkonium silikat yang telah di aktivasi kemudian diuji dengan menggunakan metilen biru, proses pengujian akan dilakukan dengan memvariasikan temperatur aktivasi dan variasi konsentrasi metilen biru. Sebanyak 20ml metilen biru 10 ppm dicampur dengan 10mg zirkonium silikat dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan rendah selama 120 menit. Setelah 120 menit, zirkonium silikat yang telah tercampur dengan larutan metilan biru dipisah dengan menggunakan sentrifugasi selama 10 menit dan diamati perubahan warna yang terjadi pada larutan metilen biru.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakterisasi dengan XRD

Hasil pola *X-Ray Diffraction* zirkonium silikat telah dilakukan pencocokan dengan data standar ICDD 00-080-1809 untuk temperatur aktivasi 700°C, diperoleh puncak-puncak zirkonium silikat dengan intensitas tertinggi pada posisi $2\theta = 27.139^\circ$. Sedangkan untuk temperatur aktivasi 600°C dan 500°C setelah dilakukan pencocokan dengan data standar ICDD 00-083-1376 dan ICDD 00-080-1809 diperoleh puncak-puncak dengan intensitas tertinggi berturut-turut pada posisi $2\theta = 27.224^\circ$ dan $2\theta = 26.974^\circ$. Intensitas yang tinggi menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk memiliki keteraturan kristal yang baik.



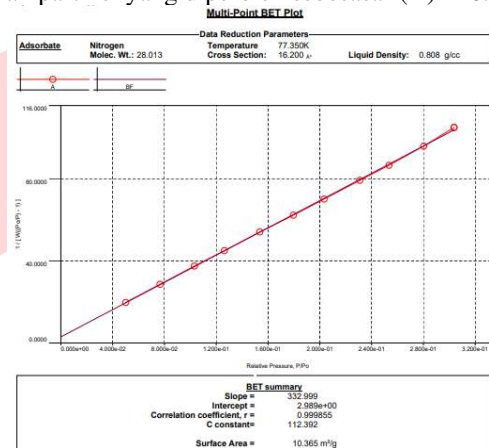
GAMBAR 2.
Grafik *X-Ray Diffraction* (XRD)

Dari grafik *X-Ray Diffraction* yang diperoleh pada Gambar 2 dapat dilihat tidak ada perbedaan letak puncak yang signifikan untuk masing-masing temperatur. Struktur kristal yang terbentuk pada zirkonium silikat ialah struktur tetragonal. Kenaikan temperatur sangat berpengaruh pada ukuran kristal dan menyebabkan terjadinya perubahan fasa dari magnetit menjadi hematit. Semakin tinggi temperatur

pemanasan maka ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin meningkat. Dari hasil pengukuran *X-Ray Diffraction* yang telah dilakukan dapat diketahui ukuran kristal untuk temperatur 700°C, 600°C, dan 500°C berturut-turut adalah sebesar 50.9369 nm, 47.5481 nm, dan 52.8192 nm.

B. Karakterisasi dengan *Surface Area Meter*

Hasil pengukuran luas permukaan zirkonium silika dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan grafik luas permukaan pada Gambar 3. Nilai luas permukaan yang diperoleh berdasarkan hasil penelitian menggunakan alat *Surface Area Meter*, diperoleh luas permukaan sebesar 10.365 m²/g dan ukuran partikel yang diperoleh sebesar (D) 126.945 nm.

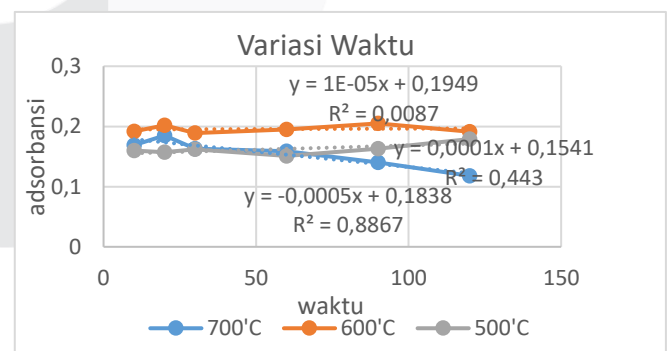


Gambar 3.
Data Karakterisasi Zirkonium Silikat Multi-point BET

C. Pengujian Zirkonium Silikat (ZrSiO₄) sebagai Adsorben Metilen Biru

1. Pengujian Metilen Biru dan ZrSiO₄ dengan Variasi Temperatur Aktivasi

Pengujian metilen biru dengan variasi temperatur aktivasi 500°C, 600°C, 700°C dilakukan dengan variasi waktu kontak masing-masing temperatur selama 10, 20, 30, 60, 90, 120 menit.



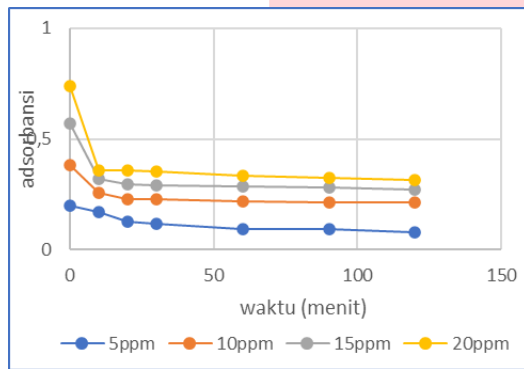
GAMBAR 4.
Grafik Adsorbansi Zat Warna Metilen Biru oleh Zirkonium Silikat dengan Variasi Temperatur Aktivasi

Dari hasil pengukuran adsorbansi zat warna metilen biru oleh zirkonium silikat dengan variasi temperatur aktivasi dapat dilihat bahwa nilai adsorpsi zirkonium silika tertinggi pada temperatur aktivasi 700°C yang selanjutnya akan mengalami penurunan adsorpsi secara linier dengan meningkatnya temperatur. Semakin meningkatnya

temperatur menyebabkan proses desorpsi semakin meningkat, sehingga terjadinya penurunan jumlah adsorpsi. Adsorbat yang teradsorpsi akan terlepas dari permukaan maupun pori-pori adsorben secara linier dengan meningkatnya temperatur. Pada Gambar 4 grafik adsorbansi dengan suhu aktivasi 700°C diperoleh nilai korelasi (R^2) sebesar 0.8867, sedangkan untuk suhu aktivasi 600°C dan 500°C diperoleh nilai korelasi berturut-turut (R^2) sebesar 0.0087 dan (R^2) sebesar 0.0443. Dalam pengujian ini diperoleh variasi temperatur aktivasi tertinggi pada temperatur 700°C dengan nilai korelasi yang mendekati 1 sehingga pada pengujian variasi konsentrasi metilen biru lebih difokuskan pada temperatur aktivasi 700°C.

2. Pengujian Metilen Biru dan $ZrSiO_4$ dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

Pengujian metilen biru dengan variasi konsentrasi lebih difokuskan pada zirkonium silikat dengan suhu aktivasi 700°C sebanyak 10mg dengan variasi konsentrasi metilen biru 5-20 ppm dan waktu kontak 0-120 menit.



GAMBAR 5.

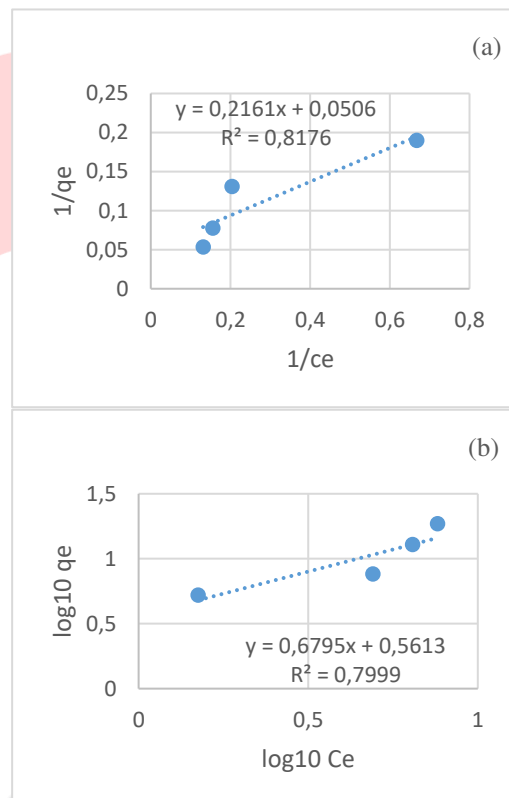
Grafik Penurunan Adsorbansi terhadap Waktu Kontak pada Zirkonium Silika ($ZrSiO_4$) dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

Penambahan variasi konsentrasi metilen biru sangat berpengaruh terhadap daya serap zirkonium silika. Semakin tinggi konsentrasi metilen biru maka daya serap zirkonium silika akan semakin meningkat, hal ini disebabkan luas permukaan zirkonium silika makin besar menyebabkan pori-pori dari adsorben semakin besar pula sehingga adsorpsi molekul dari larutan akan terjadi dengan baik, jika permukaan adsorben tertutup oleh lapisan molekuler maka kapasitas adsorpsi telah habis. Dari pengujian variasi konsentrasi metilen biru diperoleh nilai penurunan adsorpsi terbesar pada konsentrasi 5ppm dengan konsentrasi adsorbat 0,01g. Dari Gambar 5 diatas dapat dilihat pada kurun waktu 10;20;30 menit laju penurunan konsentrasi metilen biru lebih cepat sedangkan pada kurun waktu 60;90;120 menit laju penurunan konsentrasi metilen biru lebih lambat. Hal ini menunjukkan terjadi dua tahap penyerapan metilen biru oleh zirkonium silikat ($ZrSiO_4$) yaitu tahap cepat diawal (10-30 menit) dan lambat diakhir (60-120 menit). Penurunan konsentrasi metilen biru yang terjadi secara cepat diawal waktu kontak disebabkan karena permukaan yang aktif menyerap metilen biru dari $ZrSiO_4$ masih berlimpah. Luas permukaan juga mempengaruhi daya serap dari zirkonium silika makin besar pori-pori dari adsorben maka adsorpsi molekul dari larutan akan terjadi dengan baik, artinya

semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak molekul yang terserap.

D. Model Isoterm Adsorpsi

Penentuan isoterm *Langmuir* dilakukan dengan cara membuat grafik hubungan $1/q_e$ versus $1/C_e$ sedangkan isoterm *Freundlich* ditentukan dengan cara membuat grafik hubungan antara $\log_{10}(q_e)$ dan $\log_{10}(C_e)$. Pengujian ini lebih difokuskan pada zirkonium silikat ($ZrSiO_4$) sebanyak 10 mg bertemperatur aktivasi 700°C dengan variasi konsentrasi dan waktu kontak selama 10-120 menit. Grafik isoterm *Langmuir* dan *Freundlich* ditunjukkan pada Gambar 6 dibawah.



GAMBAR 6.

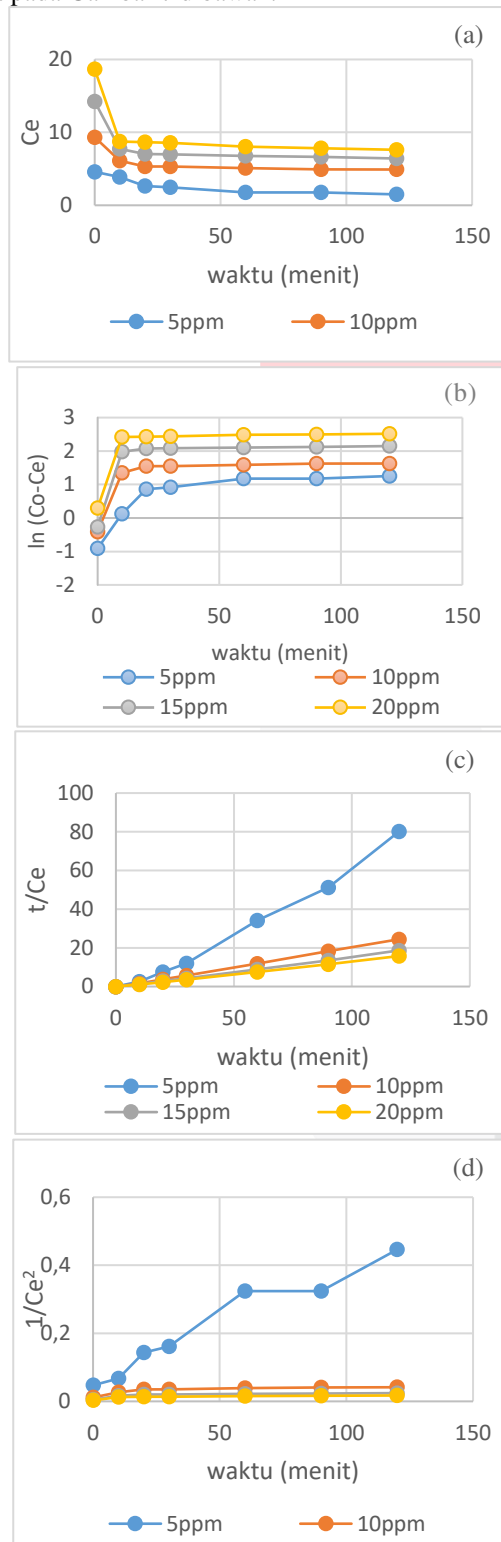
(a) Grafik Isoterm *Langmuir*, (b) Grafik Isoterm *Freundlich*

Dari persamaan linear isoterm *Langmuir* diperoleh nilai korelasi (R^2) sebesar 0.8176. Sedangkan dari persamaan isoterm *Freundlich* diperoleh nilai korelasi (R^2) sebesar 0.7999. Berdasarkan nilai korelasi (R^2) isoterm *Langmuir* lebih mendekati data eksperimen dibandingkan dengan isoterm *Freundlich* yang menunjukkan bahwa proses adsorpsi lebih didominasi oleh penyerapan *monolayer*. Dari persamaan isoterm *Langmuir* diperoleh nilai kapasitas maksimum (q_m) sebesar 19.763 mg/g dan nilai konstanta $b = 0.234$.

E. Kinetika Adsorpsi

Pada model kinetika adsorpsi data pada berbagai waktu interaksi diolah dengan berbagai model kinetika. Model kinetika yang digunakan ialah model kinetika orde 0, 1, 2, dan 3. Melalui pemetaan data model kinetika dari orde 0 sampai orde 3, dapat diketahui kesesuaian data terhadap model kinetika yaitu dari nilai korelasi (R^2), sedangkan untuk nilai konstanta laju reaksi adsorpsi dari masing-masing orde

diperoleh dari kemiringan (*slope*) grafik yang diperoleh. Untuk kinetika orde 0 konsentrasi spesies tidak mempengaruhi laju reaksi sedangkan kinetika orde 1, 2, dan 3 konsentrasi spesies mempengaruhi laju reaksi. Grafik penyebaran laju reaksi adsorpsi dengan berbagai orde dapat dilihat pada Gambar 7 dibawah.



GAMBAR 7.

Grafik Model Kinetika Adsorpsi ZrSiO₄ dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

a) Orde 0, b) Orde 1, c) Orde 2, dan d) Orde 3

TABEL 1.
Tabel Parameter Kinetika Adsorpsi

Orde	R ²				k (menit ⁻¹)			
	5ppm	10ppm	15ppm	20ppm	5ppm	10ppm	15ppm	20ppm
0	0.7301	0.3973	0.3316	0.3124	k ₀	0.0224	0.0224	0.036
1	0.5451	0.2986	0.2604	0.2547	k ₁	-0.0131	-0.0091	-0.0102
2	0.986	0.9996	0.9991	0.999	K ₂	0.6668	0.2055	0.1555
3	0.9507	0.5765	0.5285	0.5334	K ₃	0.00165	0.0001	0.00005

Dari Tabel 1 diatas dapat dilihat nilai korelasi (R²) terbaik (mendekati satu) pada kinetika adsorpsi orde 2 dengan variasi konsentrasi metilen biru 5ppm, 10ppm, 15ppm, dan 20ppm secara berturut-turut adalah 0.986 pada konsentrasi 5ppm; 0.9996 pada konsentrasi 10ppm; 0.9991 pada konsentrasi 15ppm dan 0.999 pada konsentrasi 20ppm. Hasil yang diperoleh tersebut, menunjukkan bahwa pada kinetika adsorpsi orde 2 memiliki nilai korelasi (R²) yang relatif baik di antara orde kinetika adsorpsi lainnya. Berdasarkan perbandingan secara visual melalui grafik dan nilai korelasi (R²) ditetapkan bahwa model kinetika adsorpsi orde 2 paling tepat menggambarkan proses adsorpsi metilen biru oleh zirkonium silika dengan nilai korelasi (R²) 0.999 dan konstanta laju reaksi (k₂) sebesar 0.6668 menit⁻¹ yang terjadi pada konsentrasi 5ppm.

IV. KESIMPULAN

Melalui penelitian ini dapat diketahui bahwa zirkonium silikat (ZrSiO₄) dapat dijadikan sebagai adsorben larutan zat warna metilen biru dengan kemampuan adsorpsi yang dipengaruhi oleh temperatur aktivasi, dimana semakin meningkatnya temperatur menyebabkan proses desorpsi semakin meningkat, sehingga terjadinya penurunan jumlah adsorpsi.

Dari hasil pengujian adsorpsi zat warna metilen biru oleh zirkonium silika (ZrSiO₄) diperoleh kapasitas adsorpsi maksimum (q_m) sebesar 19.763 mg/g dan konstanta kesetimbangan (b) sebesar 0.234.

Berdasarkan nilai korelasi R² disimpulkan bahwa isoterm *Langmuir* lebih mendekati data eksperimen dibandingkan dengan isoterm *Freundlich* dengan nilai korelasi (R²) sebesar 0.8176.

Kinetika adsorpsi zirkonium silika (ZrSiO₄) terhadap larutan zat warna metilen biru variasi konsentrasi mengikuti kinetika orde 2 dengan nilai korelasi (R²) sebesar 0.999 dan konstanta laju reaksi terbesar terjadi pada konsentrasi 5ppm sebesar (k₂) 0.6668 menit⁻¹.

REFERENSI

- [1] Setiawan, A.N. (2007). Ekstraksi dan Karakterisasi Pasir Zirkon Ke Zirkonia dengan Proses Alkali Fusion. Tugas akhir. Bandung: Jurusan S1 Teknik Material Institut Teknologi Bandung.
- [2] Setyati, P. (2016). Sintesis dan Karakterisasi Zirkonia (ZrO₂) dari Pasir Zirkon Belitung sebagai Keramik.

- [3] S. Srikanth., V. L. (2016). Unfolding the complexities of mechanical activation assisted alkali leaching of zircon (ZrSiO_4). *Hydrometallurgy* 165, 125-136.
- [4] Buchari, R., Y. T. (2010). Optimasi Proses Saponifikasi Kulit Jeruk dengan Ca(OH)_2 dan di Aktivasi Zirkonium untuk Adsorben Ion Arsenik dan Fosfor. *Jurnal Teknik Kimia*, No. 2, Vol. 17.
- [5] Said, M. (2008). Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorbent pada Adsorpsi Larutan Iodium. *Jurnal Teknik Kimia*, No. 4, Vol. 15.
- [6] Sari, T. M. (2016). Pengaruh Metode Aktivasi pada Kemampuan Kaolin Sebagai Adsorben Besi (Fe) Air Sumur Garuda. *Konversi*, Volume 5 No. 2, 60 - 65.
- [7] Putri, A. D. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Serbuk ZrSiO_4 dengan Metode Sol-gel.
- [8] Kwela, Z.N. (2006). *Alkali Fusion Processes for Recovery of Zirconia and zirconium From Zircon Sand*. Afrika Selatan: University of Pretoria.
- [9] Putri, A. K. (2016). Sintesis ZrO_2 Nanopartikel dari Pasir Zirkon untuk Aplikasi pada Model Radiator. *e-Proceeding of Engineering : Vol.3, No.2*, 2062.
- [10] Asfadiyah, N. R. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Rasio Molar Si/Al menggunakan Metode Sol-gel.
- [11] Handayani, M. S. (2009). Uji Persamaan Langmuir dan Freundlich pada Penyerapan Limbah Chrom (VI) oleh Zeolit. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR – BATAN*.
- [12] Cahyani, R. D. (2020). Kinetika dan Isoterm Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B Menggunakan Butiran Kitosan Terikatsilang Tripolifosfat (TTP) dan Glutaraldehid (GLA). *Tugas Akhir. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim*.
- [13] Masruhin., R. R. (2018). Penjerapan Logam Berat Timbal (Pb) dengan menggunakan Lignin Hasil Isolasi Jerami Pasi. *Journal Of Chemical Process Engineering Vol.03, No.01, ISSN = 2303-3401*.
- [14] Perwira, G. D. (2014). Analisis Luas Permukaan Arang Aktif dengan Menggunakan Metode BET (SAA).
- [15] SM, A. N. (2011). Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif dari Batang Pisang sebagai Adsorben untuk Penyerapan Ion Logam Cr(VI) pada Air Limbah Industri. *Tugas Akhir. Semarang: UNES*.
- [16] Sumadiyasa, M. M. (2018). Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hul Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEMI. *Buletin Fisika Vol. 19 No. 1*, 28-35.
- [17] Latupeirissa, J. T. (2018). Kinetika Adsorpsi Zat Warna Metilen Biru oleh Karbon Aktif dari Kulit Kemiri (Aleurites moluccana (L) Willd). *Indo. J. Chem. Res*, 6(1), 12-21.
- [18] Masruroh., M. A. (n.d.). Penentuan ukuran Kristal (crystallite size) lapisan tipis PZT dengan metode XRD melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer. *Program pasca sarjana program studi Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya*.
- [19] Murtihapsari., M. B. (2012). Model Isoterm Freundlich dan Langmuir oleh Adsorben Arang Aktif Bambu Andong (*G. verticillata* (Wild) Munro) dan Bambu Ater (*G. atter* (Hassk) Kurz ex Munro). *Jurnal Sains Natural Universitas Nusa Bangsa, Vol. 2, No. 1*, 17-23.
- [20] Poernomo, H., 2012. INFORMASI UMUM ZIRKONIUM.
- [21] Badriyah, L. P. (2017). Kinetika Adsorpsi Cangkang Telur pada Zat Warna Metilen Biru. *ALCHEMY Journal of Chemistry*, 85-91.
- [22] Nitsae, M. S. (2021). Studi Adsorpsi Metilen Biru Menggunakan Arang Aktif Tempurung Lontar (*Borassus flabellifer* L.) Asal Nusa Tenggara Timur. *Jurnal Kimia Riset, Volume 6 No.1*, 46 - 57.
- [23] Ramadhani, A. M. (2015). Kapasitas Adsorpsi Metilen Biru Oleh Lempung Cengar Teraktivasi Asam Sulfat. *JOM FMIPA Volume 2 No.1*.
- [24] Falahiyah. (2015). Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Abu Dari Sabut Dan Tempurung Kelapa Teraktivasi Asam Sulfat. *Tugas Akhir*.