

SINTESIS ZEOLIT DAN KOMPOSIT ZEOLIT/TiO₂ DARI KAOLIN SERTA UJI ADSORPSI-FOTODEGRADASI BIRU METILENA
(SYNTHESIS OF ZEOLITE AND COMPOSITE OF ZEOLITE/TiO₂ FROM KAOLIN AND ITS APPLICATION TO ADSORPTION-PHOTODEGRADATION OF METHYLENE BLUE)

Linda Trivana^{a*}, Sri Sugiarti^b, Eti Rohaeti^b

^aBalai Penelitian Tanaman Palma, Jl. Raya Mapanget PO.BOX 1004 Manado

^bInstitut Pertanian Bogor, Jl. Raya Darmaga, Bogor, Jawa Barat 16680

* email : lindatrivana@gmail.com

Received 28 April 2015, Accepted 15 July 2015, Published 01 September 2015

ABSTRAK

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung sebagai *starting material* dan natrium silikat sebagai sumber silika tambahan. Zeolit merupakan material yang memiliki berbagai manfaat, salah satunya sebagai adsorben. Kaolin digunakan sebagai *starting material* karena memiliki kandungan silika dan alumina yang tinggi, sekitar 35 - 50 %. Sintesis zeolit dilakukan dengan proses hidrotermal, yaitu mencampurkan metakaolin hasil kalsinasi kaolin pada suhu 700 °C selama 6 jam, natrium silikat, dan NaOH untuk mengaktivasi komponen utama Si dan Al pada kaolin. Proses hidrotermal dilakukan pada suhu 100 °C selama 24 jam dengan variasi konsentrasi NaOH, yaitu 1,5 N dan 2,5 N. Konsentrasi NaOH dapat mempengaruhi jenis zeolit yang diperoleh. Untuk meningkatkan sifatnya sebagai adsorben maka zeolit dimodifikasi menjadi komposit zeolit/TiO₂. Penambahan TiO₂ ke dalam zeolit yang dihasilkan diharapkan dapat menghasilkan material yang bersifat adsorben-fotokatalis. Diperoleh zeolit jenis NaP1 pada penambahan NaOH 1,5 N. Sedangkan, pada penambahan NaOH 2,5 N diperoleh zeolit X, zeolit NaP1, dan faujasite. Komposit zeolit/TiO₂ hasil sintesis terbukti memiliki kemampuan adsorpsi-fotokatalis karena mampu mendegradasi biru metilena di bawah sinar ultraviolet.

Kata kunci: hidrotermal, kaolin, natrium silikat, dan zeolit

ABSTRACT

In this study, zeolite was synthesized from kaolin which was founded from Bangka Belitung as the starting material. Meanwhile, sodium silicate was used as silica source. Zeolite is material with many benefits, such as become an adsorbent. Kaolin has been used as starting material due to high content of silica and alumina, i.e 35 - 50 %. Zeolite was prepared by hydrothermal synthesis process, by mixing the metakaolin which was produced by calcination of kaolin at 700 °C for 6 hours, with sodium silicate and NaOH. The NaOH was used to activate the major components of Si and Al in the kaolin. The hydrothermal process was conducted at 100 °C for 24 hours with various concentrations of NaOH, i.e 1.5 N and 2.5 N. The NaOH concentration might determine the type of zeolite obtained. To improve the nature

as adsorbent, zeolites modified into zeolit/TiO₂. The addition of TiO₂ into the prepared zeolit aimed to produce a material with capability as adsorbent-photocatalyst. The result of research found that the addition of NaOH 1.5 N produced zeolite NaP1. Meanwhile, the addition of NaOH 2.5 N produced the NaP1 zeolite, zeolite X, and faujasite. The composite of zeolit/TiO₂ has ability on adsorption-photocatalytic as it was proven by methylene blue degradation under ultraviolet light.

Keywords: hydrothermal, kaolin, sodiumsulfate, zeolite

PENDAHULUAN

Kaolin atau kaolinite termasuk jenis mineral lempung dengan rumus kimia Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O dan memiliki struktur lapisan 1:1 dengan unit dasar terdiri dari lembaran tetrahedral SiO₄ dan lembaran oktahedral dengan Al³⁺ sebagai kation oktahedral (Murray, 2000). Kaolin dapat ditemukan di alam dalam bentuk kaolinit murni maupun mineral kaolin lain, seperti haloisit, nakrit, maupun dikrit serta mineral lempung lain, seperti smektit, ilit, dan mika sebagai komponen utama serta feldspar dan kuarsa sebagai pengotor (Ekosse, 2005). Hasil analisis menunjukkan bahwa kandungan mineral kaolin terdiri dari komponen utama silika (SiO₂) 48,03 %, alumina (Al₂O₃) 35,50 %, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil. Kandungan silika dan alumina yang tinggi, memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai *starting material* dalam pembentukan kerangka zeolit (Umah, 2010).

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Bekkum *et al.*, 1991). Zeolit ada dua macam, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi) dari batuan vulkanik, seperti analsim, kabasit, klinoptilolit, erionit, mordenit, filipsit, heulandit, dan laumontit. Sedangkan zeolit sintetis antara lain, zeolit A, X, Y, NaP1, hidroksi sodalit, dan faujasite merupakan zeolit yang dibuat oleh industri untuk mendapatkan sifat tertentu. Zeolit sintetis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam. Kelemahan zeolit alam antara lain, banyak mengandung pengotor dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis. Oleh karena itu, dilakukan sintesis zeolit untuk memperbaiki sifat-sifat dan mensubstitusi zeolit yang berasal dari alam (Breck, 1974). Pada penelitian ini, zeolit disintesis dari kaolin dan natrium silikat sebagai sumber silika tambahan dengan

berbagai konsentrasi NaOH. Variasi konsentrasi NaOH dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH dengan jenis zeolit yang diperoleh.

Zeolit sintetis ini diharapkan mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi zat warna biru metilena. Zeolit mempunyai pori-pori yang dapat menyerap zat warna dan mempunyai kation yang bergerak bebas sehingga memungkinkan pertukaran ion tanpa merusak struktur zeolit. Metode adsorpsi ini banyak digunakan untuk menjerap limbah zat warna tetapi memiliki selektivitas yang rendah dan proses regenerasinya yang sulit. Proses adsorpsi ini menggunakan adsorben yang hanya dapat menjerap zat warna tetapi tidak dapat menguraikannya, sehingga masih memerlukan langkah-langkah lanjut sampai limbah aman untuk dilepas ke lingkungan. Kelemahan tersebut dapat diatasi dengan teknik fotodegradasi, yaitu suatu proses penguraian senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi foton atau cahaya. Keberhasilan metode fotodegradasi bertumpu pada fotokatalis, yaitu bahan padatan yang memiliki sifat semikonduktor, misalnya TiO_2 , CdS, dan Fe_2O_3 (Wijaya, 2002). Pada penelitian ini dilakukan sintesis, pencirian, dan penentuan kapasitas adsorpsi zeolit dan komposit zeolit sintetis/ TiO_2 . Adanya aktivitas fotokatalisis pada sampel komposit zeolit/ TiO_2 diketahui melalui uji fotodegradasi.

METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-VIS, Difraktometer sinar-X, SEM-EDX, *shaker*, sentrifuga, neraca analitik, oven, tanur, *vaccum filtration*, lampu UV, botol polipropilen, dan peralatan kaca. Bahan-bahan yang digunakan ialah kaolin Bangka Belitung, akuades, serbuk titanium oksida anatase P 25, natrium silikat (Na_2SiO_3), pellet NaOH, biru metilena, dan kertas pH.

Preparasi Metakaolin

Preparasi metakaolin dilakukan berdasarkan metode yang dilakukan oleh Hediani (2010). Sampel kaolin bubuk dari Bangka Belitung dikalsinasi dalam tanur pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam. Setelah mengalami proses kalsinasi, sampel kaolin yang telah berubah menjadi metakaolin dianalisis dengan difraktometer sinar-X.

Sintesis Zeolit

Sampel metakaolin ditimbang sebanyak 2,0 gram, kemudian ditambahkan NaOH dengan variasi konsentrasi (1,5 N dan 2,5 N) dan Na_2SiO_3 10 % (Tabel 1). Setiap campuran larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam botol polipropilen dan dipanaskan dalam oven 40 °C selama 24 jam. Tahap ini disebut proses *aging*, yaitu proses pembentukan inti kristal. Setelah proses *aging*, sampel dipanaskan kembali pada suhu 100 °C selama 24 jam (hidrotermal). Produk difiltrasi dan dicuci dengan air destilata hingga pH netral. Produk yang diperoleh dikeringkan pada suhu 120 °C selama 6 jam, kemudian sampel dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

Tabel 1. Perlakuan dalam sintesis zeolit

Sampel	Bobot Metakaolin (g)	NaOH (N)	Volume (mL)		Aging (°C)	Hidrotermal (°C)
			NaOH	Na_2SiO_3		
Sampel A	2.0	1,5	40	40	40	100
Sampel B	2.0	2,5	40	40	40	100

Preparasi Komposit Zeolit/ TiO_2

Sampel metakaolin sebanyak 85 % dan TiO_2 15 % dengan jumlah total 2 gram, kemudian ditambahkan NaOH 1,5 N dan natrium silikat (Na_2SiO_3) 10% masing-masing sebanyak 34 mL. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam botol polipropilen dan dipanaskan pada suhu 40 °C selama 24 jam. Setelah itu, campuran dipanaskan kembali dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam. Produk yang diperoleh difiltrasi dan dicuci dengan air destilasi hingga pH netral, kemudian dikeringkan dalam oven 120 °C selama 6 jam. Produk dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

Uji Adsorpsi

Uji adsorpsi dilakukan berdasarkan metode yang dilakukan oleh Hedianita (2011). Larutan biru metilena (BM) dibuat dengan konsentrasi yang bervariasi, yaitu 75, 100, 150, 200, dan 300 mg/L. Zeolit ditimbang sebanyak 0,05 gram, kemudian ditambahkan 15 mL larutan BM dari setiap konsentrasi dalam tabung reaksi yang berbeda. Campuran tersebut dikocok dengan *shaker* selama 2 jam. Setelah itu, campuran dipisahkan dengan sentrifuga selama 20 menit dengan kecepatan 3500 rpm untuk memisahkan endapan. Filtratnya

kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 664,5 nm.

Kapasitas adsorpsi dihitung dengan menggunakan persamaan (1)

$$Q = \frac{V [C_0 - C_a]}{m} \quad (1)$$

Keterangan:

Q = Kapasitas adsorpsi (mg/g)

V = Volume larutan (mL)

C₀ = Konsentrasi awal (ppm)

C_a = Konsentrasi akhir (ppm)

m = Massa adsorben (g)

Penentuan kapasitas adsorpsi sampel komposit zeolit-TiO₂ dengan perlakuan yang sama seperti zeolit.

Pembuatan Kurva Standar Biru Metilena

Pembuatan kurva standar biru metilena berdasarkan metode yang dilakukan oleh Hadiana (2011). Larutan biru metilena (BM) dibuat pada berbagai konsentrasi (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; dan 3,0 mg/L), kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum. Setelah itu, dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi dan ditentukan persamaan linier kurva tersebut. Persamaan linier ini digunakan untuk menghitung konsentrasi BM pada larutan hasil adsorpsi.

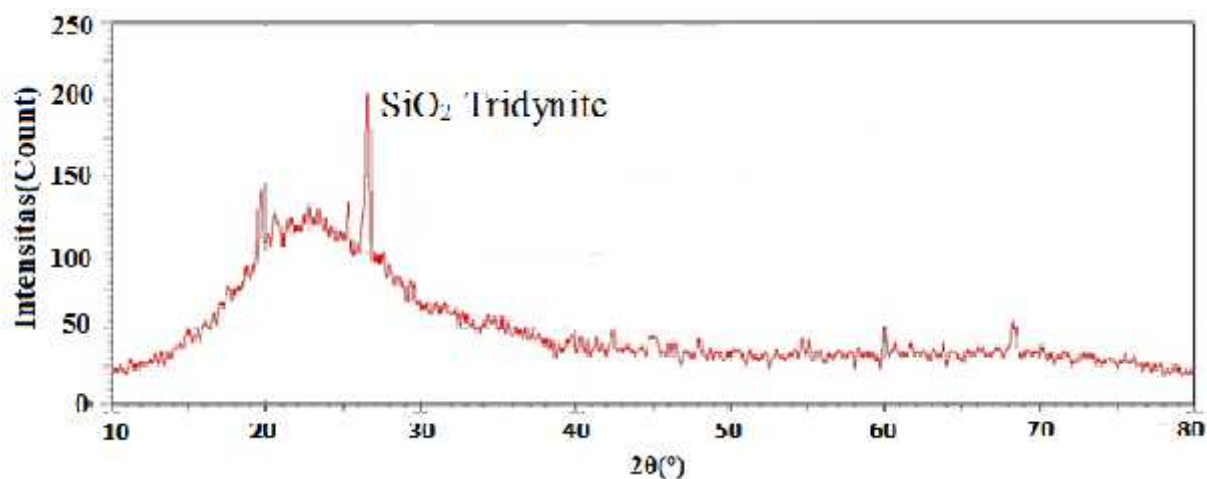
Uji Fotodegradasi Senyawa Biru Metilena

Uji fotodegradasi biru metilena dilakukan berdasarkan metode yang dilakukan oleh Hadiana (2011). Sebanyak 0,1 gram komposit zeolit-TiO₂ ditambahkan 15 mL larutan biru metilena dengan konsentrasi 12,5 ppm. Larutan kemudian disinari dengan sinar UV pada panjang gelombang 365 nm selama 6 jam. Setelah itu, diambil filtratnya dan dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200 – 700 nm. Uji fotodegradasi juga dilakukan pada sampel zeolit, TiO₂, dan biru metilena sebagai pembanding. Setiap sampel tersebut diberi perlakuan dengan dan tanpa sinar UV untuk mengetahui aktivitas fotokatalis.

PEMBAHASAN

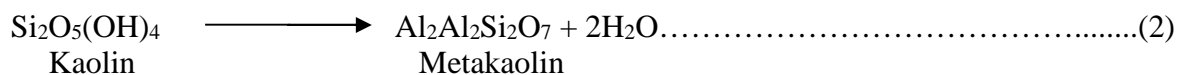
Sintesis dan Pencirian Zeolit dan Komposit Zeolit/TiO₂

Bahan baku yang digunakan mensintesis zeolit adalah kaolin, karena kaolin memiliki komponen utama silika dan alumina sehingga dapat digunakan sebagai *starting material* dalam pembentukan kerangka zeolit. Kaolin yang akan digunakan terlebih dahulu dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 6 jam untuk menghilangkan gugus hidroksil (-OH) yang terikat secara kimia sehingga terbentuk metakaolin. Metakaolin hasil kalsinasi dianalisis dengan XRD, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



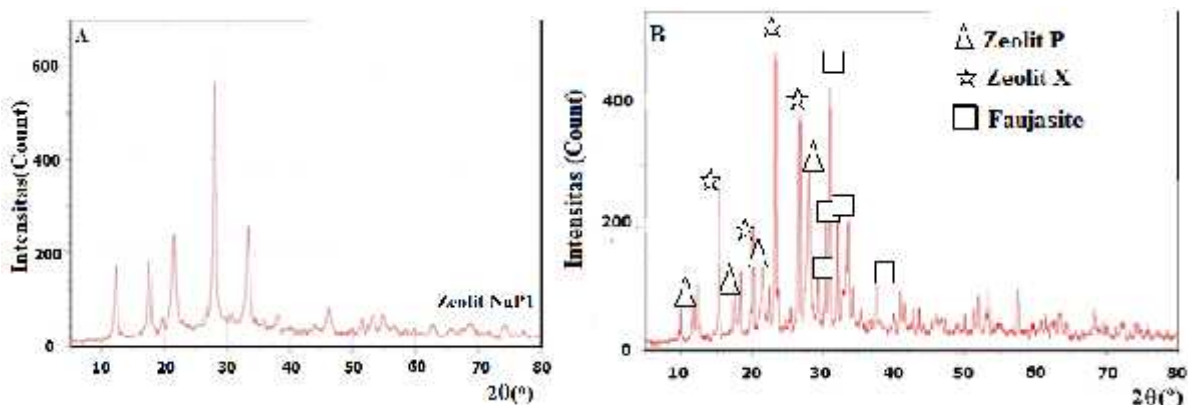
Gambar 1. Difraktogram sampel metakaolin.

Hasil XRD kalsinasi kaolin menjadi metakaolin menunjukkan puncak difraktogram yang landai atau dapat dikatakan bahwa metakaolin yang diperoleh berbentuk amorf. Hal ini dikarenakan kalsinasi atau pemanasan yang menguapkan H₂O dan melepaskan ikatan -OH pada kaolin sehingga kaolin yang kristalin menjadi lebih amorf (Mitra dan Nhattacherjee, 1969). Reaksi kimia dehidroksilasi kaolin menjadi metakaolin dinyatakan dengan persamaan (2) (Thammavong, 2003).



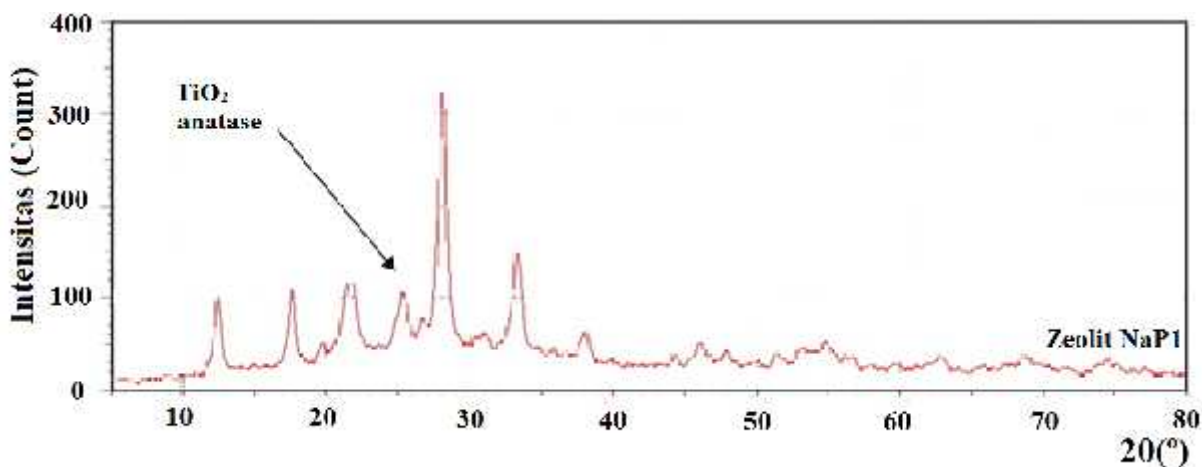
Metakaolin yang diperoleh digunakan untuk sintesis zeolit. Metakaolin dilarutkan dalam NaOH (1,5 N dan 2,5 N) dan natrium silikat (Na₂SiO₃). Penambahan NaOH ini bertujuan mengaktivasi komponen Si dan Al pada metakaolin menjadi fase mineral yang mudah larut, yaitu natrium silikat dan amorf alumina silikat. Variasi NaOH dilakukan karena konsentrasi NaOH menentukan jenis zeolit yang diperoleh. Sampel zeolit yang berhasil

disintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi jenis mineral zeolit yang terkandung dan derajat kristalinitasnya. Difraktogram sampel zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram sampel zeolit A dan B.

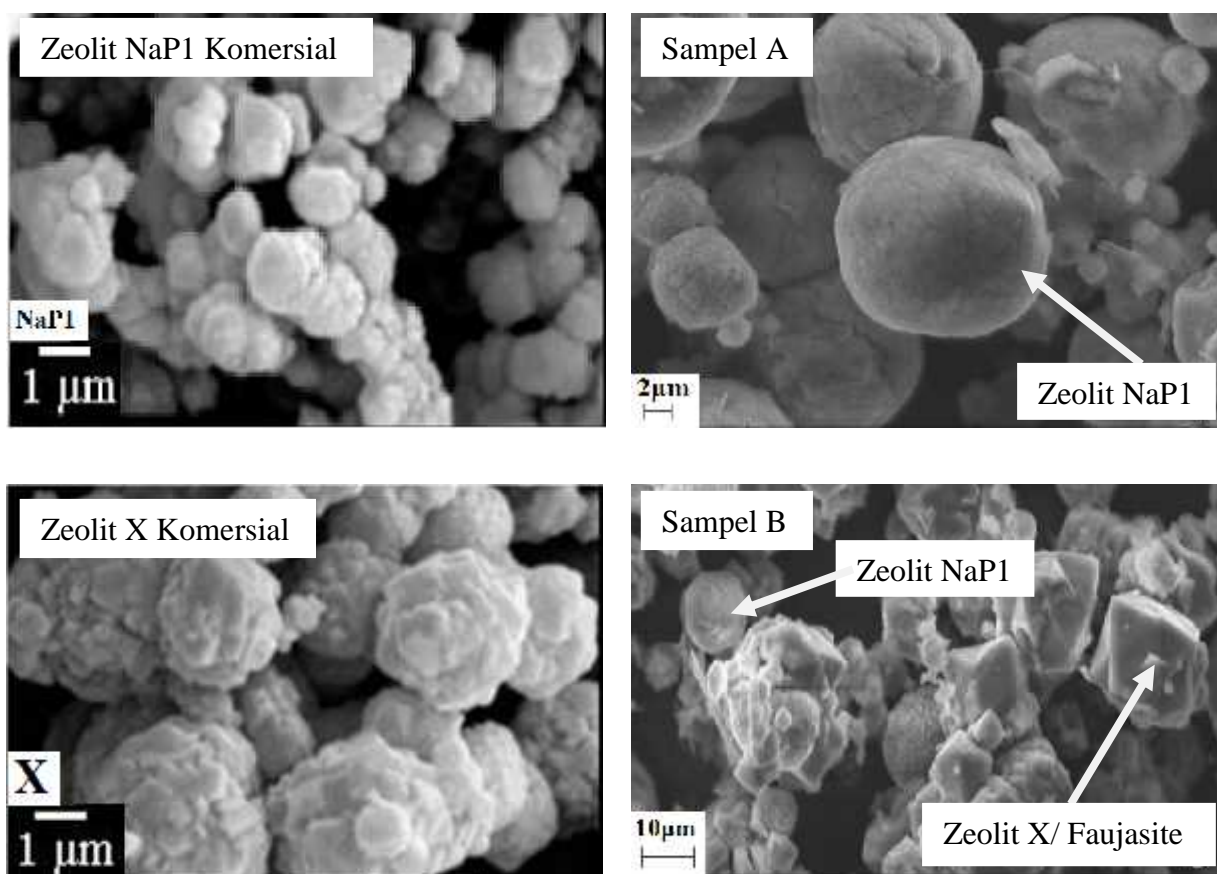
Difraktogram setiap sampel dianalisis dengan membandingkan sudut 2θ sampel dengan 2θ pada data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Hasil XRD sampel A (NaOH 1,5 N) menunjukkan zeolit yang terbentuk merupakan zeolit tipe NaP1. Sedangkan, sampel B (NaOH 2,5 N) terbentuk campuran zeolit, yaitu zeolit NaP1, faujasite, dan zeolit X. Konsentrasi NaOH mempengaruhi jenis zeolit yang diperoleh, karena NaOH dalam reaksi bertindak sebagai aktivator untuk melarutkan garam silikat dan alumina yang akan berperan penting dalam pembentukan kerangka zeolit selama proses zeolitisasi. Semakin tinggi konsentrasi NaOH maka semakin banyak jenis zeolit yang terbentuk.



Gambar 3. Difraktogram sampel komposit zeolit/TiO₂.

Sintesis komposit zeolit/TiO₂ mengikuti kondisi pada sintesis sampel A. Hal ini dilakukan karena pada kondisi tersebut menghasilkan zeolit yang lebih murni tanpa adanya campuran zeolit lain, yaitu zeolit NaP1. Pola difraksi sampel komposit zeolit/TiO₂ pada Gambar 3 menunjukkan bahwa jenis zeolit yang diperoleh adalah zeolit NaP1 dan sudut 2 TiO₂ di 25,33. Keberadaan TiO₂ pada difraktogram diatas dapat disimpulkan bahwa sintesis komposit zeolit/TiO₂ berhasil.

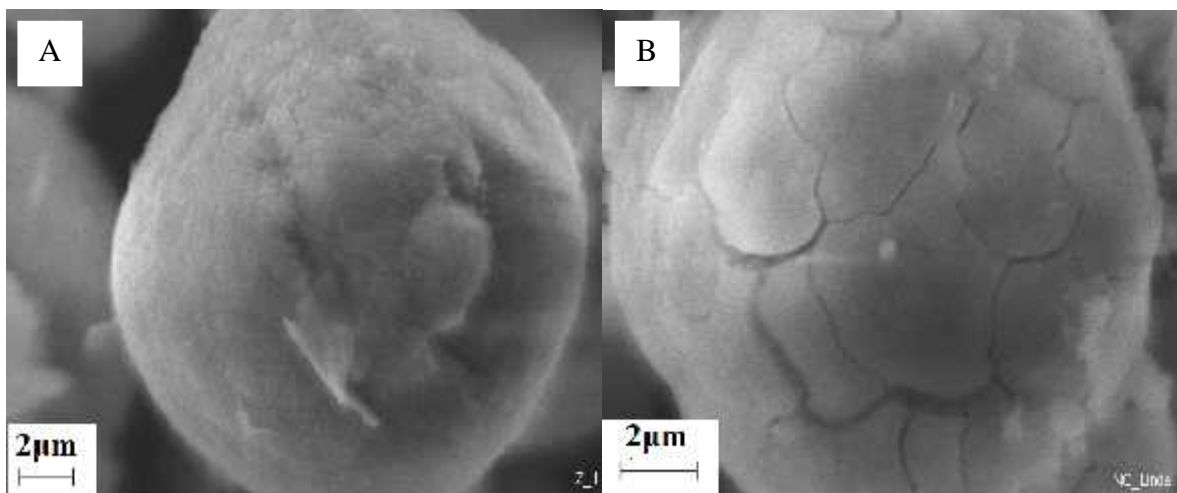
Sampel zeolit juga dianalisis dengan SEM, yaitu jenis mikroskop elektron yang gambar permukaan sampel dipindai dengan menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola pemindai *pixel*. Hasil SEM sampel A dan B ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil analisis SEM sampel A dan B.

Zeolit murni NaP1 dan zeolit X komersial dari IQE S.A (Moreno *et al.*, 2009). Hasil analisis SEM sampel A menunjukkan bentuk partikel zeolit jenis P1 dengan bentuk partikel yang bulat dan kisaran diameter partikel 1-10 µm. Sedangkan, sampel B menunjukkan adanya campuran jenis zeolit. Hal ini terlihat dari bentuk partikel yang berbeda-beda. Hasil SEM sampel B sesuai dengan hasil analisis XRD yang menyatakan terdapatnya campuran zeolit

pada sampel tersebut seperti zeolit X, zeolit NaP1, dan faujasite. Zeolit X dan faujasite memiliki bentuk partikel/*framework* yang sama, sedangkan zeolit NaP1 memiliki bentuk partikel yang bulat.



Gambar 5. Hasil SEM (A) zeolit dan (B) komposit zeolit/TiO₂.

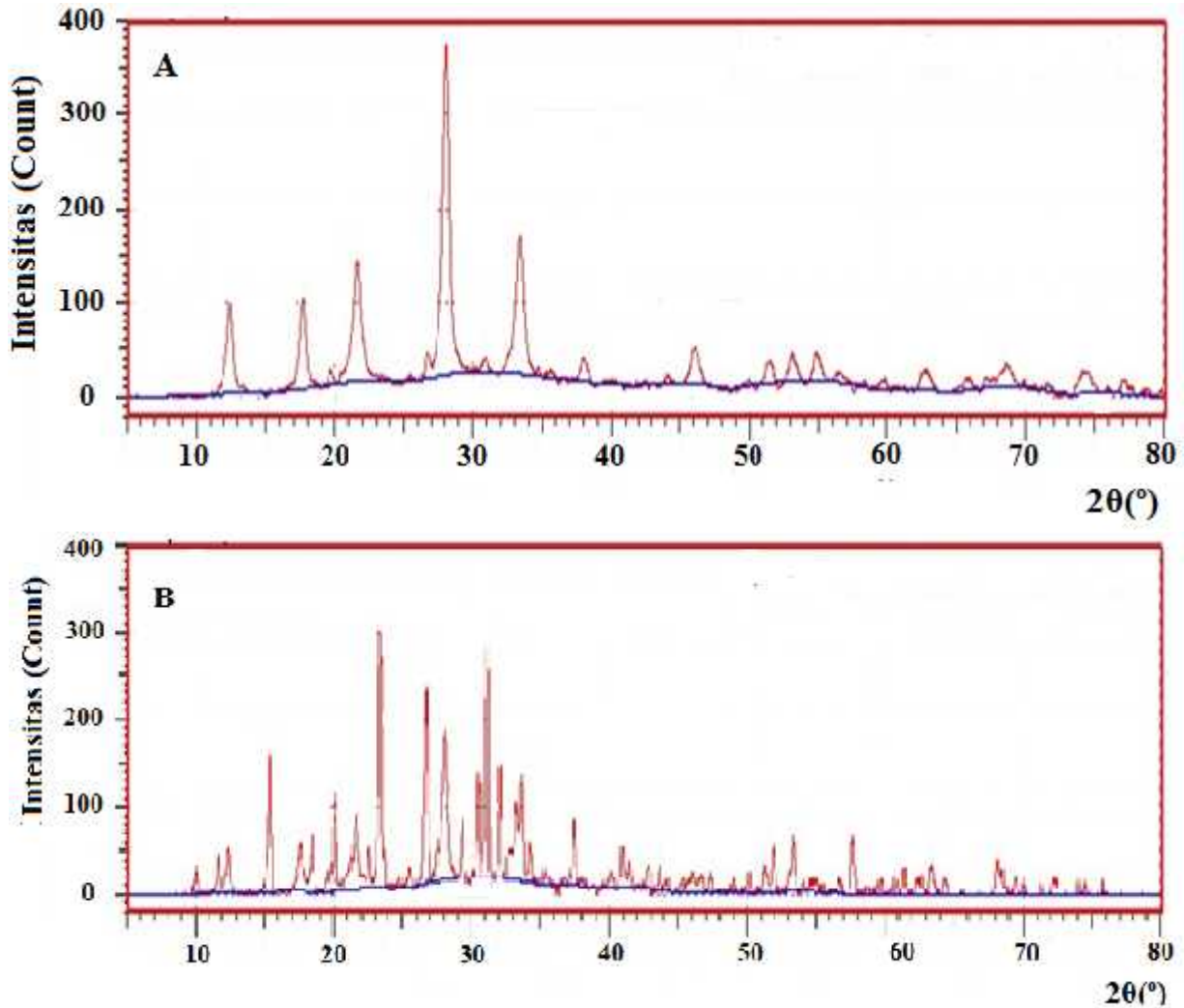
Perbedaan hasil SEM sampel zeolit dengan dan tanpa penambahan TiO₂ ditunjukkan pada Gambar 5. Hasil SEM zeolit dan komposit zeolit/TiO₂ menunjukkan bahwa dengan penambahan TiO₂ mengubah permukaan dan pori-pori zeolit, terlihat dari hasil SEM komposit zeolit/TiO₂ yang memiliki pori-pori lebih besar. Hal ini disebabkan oleh pergantian kation logam yang berukuran kecil (Na⁺) dengan kation logam yang diameternya lebih besar (Ti²⁺) sehingga pori tersebut mengembang. Melalui teknik ini, porositas zeolit akan menjadi besar dan oksida-oksida logam (TiO₂) sebagai agen pemilar dapat digunakan untuk katalis (Desfita, 2009).

Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Kristalinitas Zeolit

Sintesis zeolit pada penelitian ini menggunakan pelarut NaOH atau pada pH basa karena pada pH tersebut di dalam larutan akan terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk zeolit. Sintesis suatu zeolit dipengaruhi oleh ion-ion yang ada dalam campuran tersebut. Pada pH > 6 terbentuk anion Al(OH₄)⁻ atau AlO₂⁻ yang merupakan anion pembentuk zeolit yang berasal dari sumber alumina. Hal ini akan berbeda jika larutan dalam keadaan asam, yaitu pada pH 1 sampai pH 4, karena spesies Al yang dominan adalah [Al(H₂O)₆]³⁺. Keberadaan kation tersebut akan menghambat pembentukan kerangka aluminosilikat dari zeolit. Kerangka zeolit juga dipengaruhi oleh keberadaan anion dari silikat. Pada pH > 12, akan terbentuk ion Si(OH)₄⁻ yang merupakan ion utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Hamdan, 1992).

Variasi konsentrasi NaOH yang digunakan, yaitu 1,5 N dan 2,5 N. Variasi konsentrasi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perubahan konsentrasi NaOH terhadap kristalinitas zeolit yang diperoleh (Gambar 6). Kristalinitas dapat dihitung dengan persamaan (3)

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{fraksi luas kristalin}}{\text{fraksi luas kristalin} + \text{fraksi luas amorf}} \dots \dots \dots (3)$$

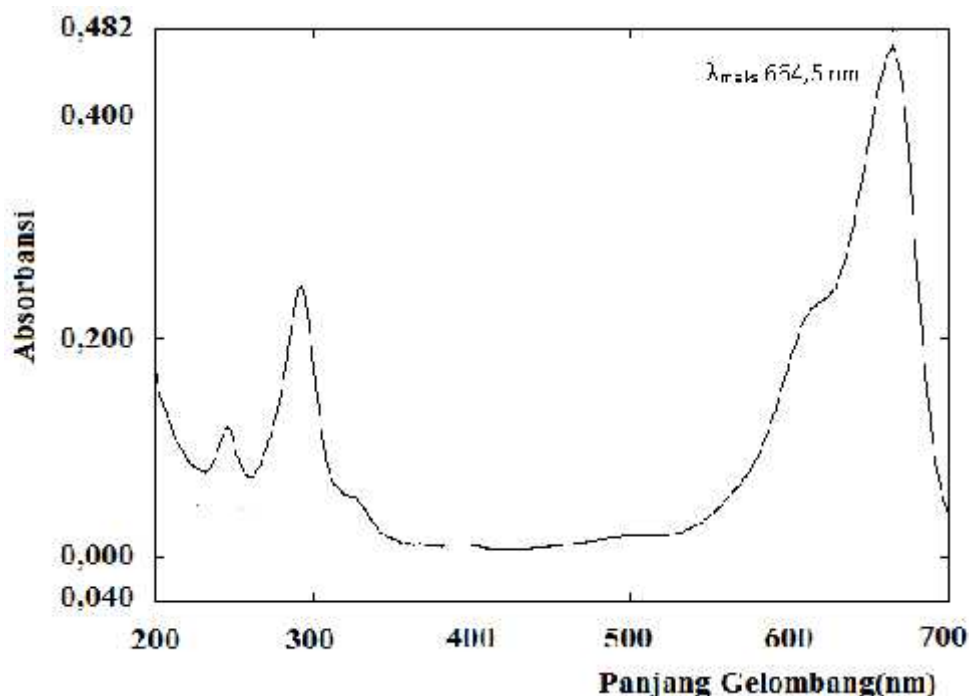


Gambar 6. Kristalinitas zeolit sampel A dan B.

Kristalinitas sampel A dengan konsentrasi NaOH 1,5 N yaitu 50,62 % dan 75,40 % pada sampel B dengan konsentrasi NaOH 2,5 N. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NaOH menyebabkan kristalinitas zeolit yang diperoleh meningkat. Konsentrasi NaOH mempengaruhi laju kristalisasi zeolit. Peningkatan konsentrasi NaOH menyebabkan jumlah Si dan Al terlarut meningkat sehingga laju kristalisasi zeolit juga meningkat (Wijaya, 2002).

Uji Adsorpsi Biru Metilena oleh Zeolit dan Komposit Zeolit/TiO₂

Zeolit hasil sintesis diuji kemampuannya sebagai adsorben dalam menjerap zat warna. Zat warna yang digunakan adalah biru metilena. Biru metilena digunakan karena interaksinya dengan air akan menghasilkan ion dari biru metilena yang bermuatan positif, sedangkan zeolit memiliki muatan negatif akibat substitusi ion Al³⁺ terhadap Si⁴⁺ dalam struktur jaringannya dan dinetralkan dengan kation alkali atau alkali tanah. Kation-kation ini dapat dipertukarkan dengan kation biru metilena sehingga biru metilena terjerap. Sebelum dilakukan uji adsorpsi, terlebih dahulu dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum larutan standar BM (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; dan 3,0 mg/L). Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada konsentrasi 2,0 mg/L agar konsentrasi analat yang kecil dan besar dapat dibaca. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh karena pada panjang gelombang tersebut respon sinyal/absorbansi berada dalam kondisi maksimum. Panjang gelombang maksimum memiliki sensitivitas yang baik dan limit deteksi yang rendah serta mengurangi kesalahan dalam pengukuran. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 664,5 nm (Gambar 7).



Gambar 7. Penentuan panjang gelombang maksimum larutan standar biru metilena.

Larutan biru metilena dibuat dengan berbagai variasi konsentrasi untuk mengetahui kapasitas adsorpsi terbesar dari zeolit. Variasi konsentrasi larutan biru metilena yang

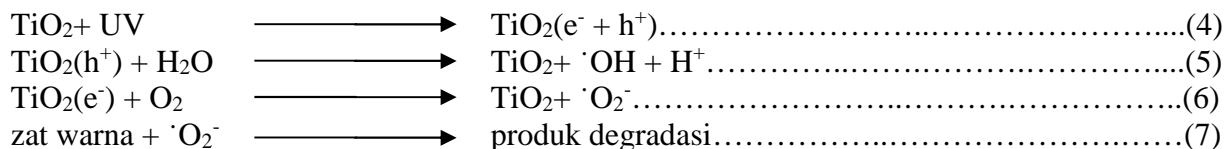
digunakan untuk uji adsorpsi zeolit dan komposit zeolit/TiO₂, yaitu 75, 100, 150, 200, dan 300 mg/L. Larutan biru metilena-zeolit dikocok agar adsorben dapat tersebar secara merata di setiap bagian dengan harapan dapat menyerap zat warna dengan sempurna dan dapat menghasilkan daya adsorpsi yang maksimum. Setelah tercapai kesetimbangan, zat warna yang tidak teradsorpsi dipisahkan dari adsorben dengan setrifuga, kemudian konsentrasi sisa larutan biru metilena diukur dengan spektrofotometer UV-Vis di λ_{maks} 664,5 nm.

Konsentrasi biru metilena terbesar yang diadsorpsi oleh zeolit dan komposit zeolit/TiO₂ adalah pada konsentrasi awal BM 300 mg/L, yaitu sebesar 152,505 mg/L untuk sampel zeolit A, 149,259 mg/L untuk sampel zeolit B dan komposit zeolit/TiO₂ sebesar 143,240 mg/L. Penentuan kapasitas adsorpsi sampel zeolit A, B, dan komposit zeolit/TiO₂ terbesar terjadi pada konsentrasi awal BM 300 mg/L, yaitu berturut-turut sebesar 45,71; 43,14; 43,01 mg/L. Hal ini sesuai dengan pernyataan Mouzdahir *et al.* (2007), bahwa kapasitas adsorpsi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi awal larutan biru metilena. Semakin besar konsentrasi awal biru metilena yang diberikan maka semakin besar pula molekul biru metilena yang terserap oleh sampel zeolit. Hal ini terjadi apabila keberadaan tapak aktif sampel untuk menjerap zat warna masih memungkinkan untuk menyerap larutan biru metilena.

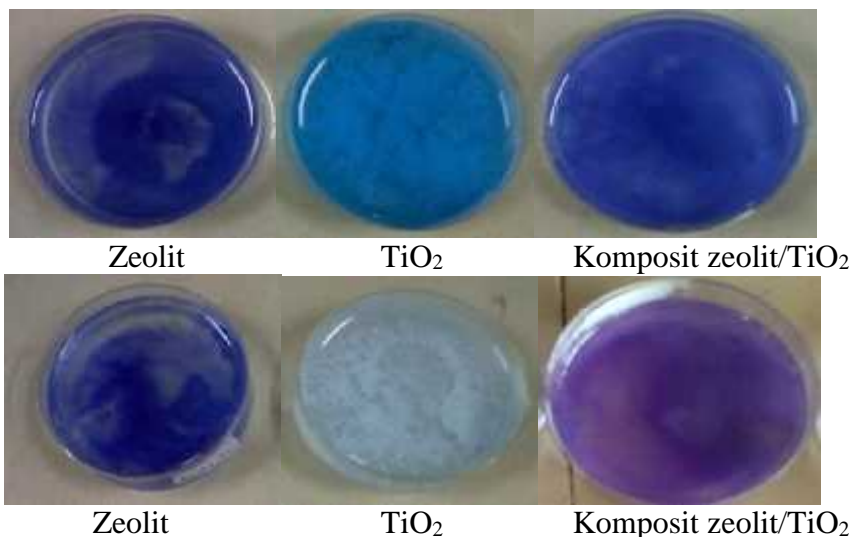
Uji Fotodegradasi

Fotodegradasi merupakan proses penguraian suatu senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi cahaya (foton). Fotodegradasi biasanya memerlukan fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor, salah satunya adalah TiO₂. Uji fotodegradasi ini dilakukan dengan menggunakan fotokatalis komposit zeolit/TiO₂, zeolit, dan TiO₂ terhadap zat warna biru metilena dengan perlakuan tanpa dan dengan disinari sinar UV. Serbuk TiO₂ yang digunakan adalah titanium oksida anatase P 25. Setiap sampel tersebut disinari lampu UV pada $\lambda = 365$ nm selama 6 jam, karena pada panjang gelombang tersebut energi foton mampu mengeksitasi elektron pada pita valensi dari TiO₂ anatase yang memiliki *band gap* < 385 nm ke pita konduksi yang menyebabkan timbulnya lubang elektron pada pita valensi dan elektron di pita konduksi. Kemudian *hole* (H⁺) bereaksi dengan pelarut membentuk radikal OH yang merupakan oksidator kuat. Sedangkan, elektron pada pita konduksi akan bereaksi dengan oksigen di lingkungan menghasilkan radikal superoksida (O₂⁻) yang bersifat reduktor. Radikal-radikal tersebut bersifat aktif dan dapat terus terbentuk

sehingga bereaksi dan menguraikan senyawa organik target (Fatimah *et al.*, 2006). Setelah penyinaran selesai, dilakukan pengukuran serapan filtrat masing-masing sampel tersebut dengan spektrofotometer UV-Vis pada 200 - 700 nm. Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses fotodegradasi dengan TiO₂ adalah seperti tercantum dalam persamaan (4), (5), (6), (7) (Fatimah & Wijaya, 2005).

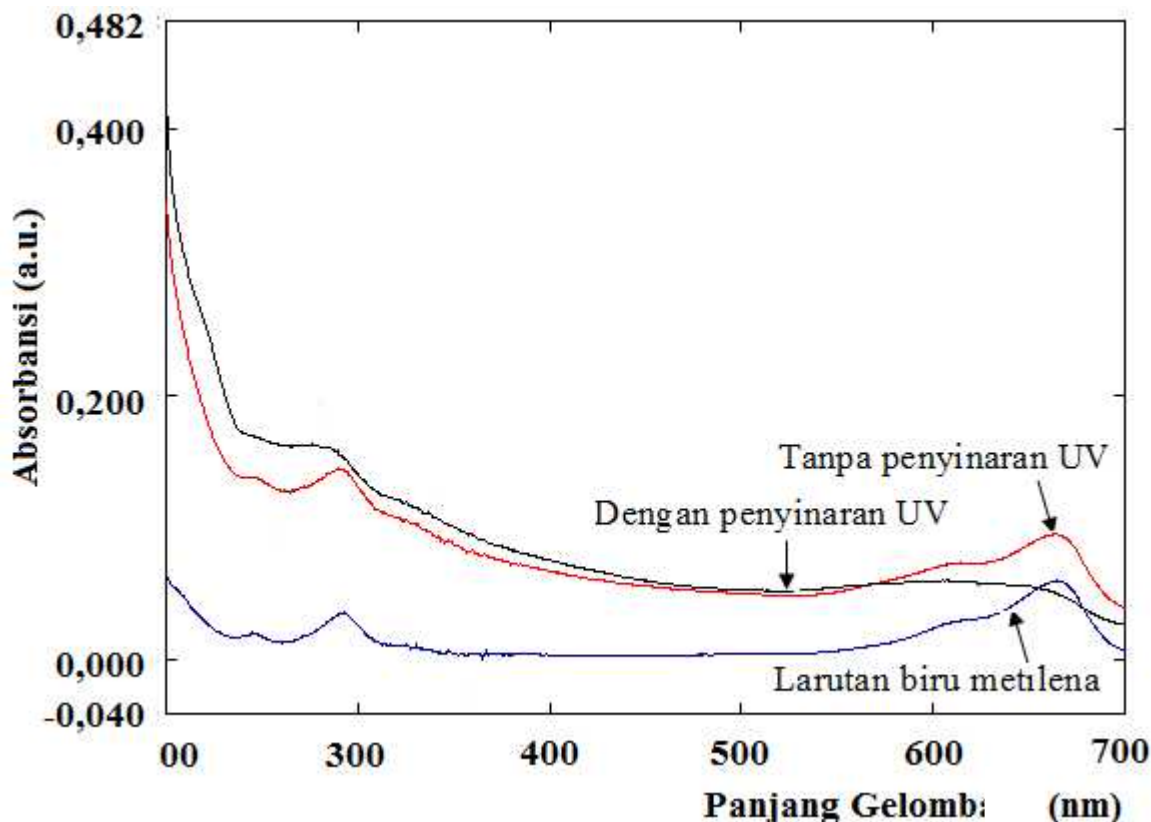


Komposit zeolit - TiO₂ hasil sintesis dapat berperan sebagai fotokatalis dengan bantuan sinar UV seperti yang ditunjukkan pada Gambar 8. Hal ini dibuktikan dari memudarnya warna biru metilena yang teradsorpsi pada sampel komposit zeolit - TiO₂ setelah disinari sinar UV. Adapun pada sampel komposit yang tidak disinari UV, tidak terjadi proses fotodegradasi melainkan hanya terjadi proses adsorpsi, karena TiO₂ tidak aktif menguraikan senyawa organik tanpa adanya sinar UV (foton) untuk membentuk radikal ($\cdot\text{OH}$) atau ($\cdot\text{O}_2^-$).



Gambar 8. Hasil uji fotodegradasi (A) tanpa penyinaran UV, (B) dengan penyinaran UV selama 6 jam.

Adanya aktivitas fotokatalisis juga dapat dilihat dengan membandingkan serapan sinar UV pada filtrat larutan BM hasil degradasi dengan komposit zeolit/TiO₂ yang diberi perlakuan dengan dan tanpa penyinaran sinar UV (Gambar 9).



Gambar 9. Serapan filtrat larutan metilen biru setelah degradasi dengan komposit zeolit/TiO₂ dengan dan tanpa penyinaran UV.

Serapan filtrat komposit tanpa perlakuan penyinaran masih menunjukkan adanya serapan biru metilena yang ditunjukkan dengan λ_{maks} sebesar 663 nm yang merupakan khas dari larutan biru metilena. Sedangkan serapan filtrat komposit dengan penyinaran UV sudah tidak menunjukkan adanya serapan biru metilena yang ditunjukkan dengan munculnya puncak baru dengan λ_{maks} sebesar 607,5 nm. Maka dapat disimpulkan bahwa aktivitas fotokatalis ini dapat terlihat dari perubahan warna sampel komposit menjadi tidak berwarna dan munculnya puncak baru pada spektra absorbansi UV-Vis. Meskipun puncak baru tersebut belum teridentifikasi senyawanya, namun hal tersebut mengindikasikan terjadinya reaksi kimia akibat penyinaran dan keberadaan fotokatalis zeolit/TiO₂.

KESIMPULAN

Zeolit berhasil disintesis dari kaolin dengan penambahan Na₂SiO₃ dan NaOH 1,5 N dan 2,5 N. Sintesis zeolit pada konsentrasi NaOH 1,5 N diperoleh zeolit NaP1. Sedangkan pada konsentrasi NaOH 2,5 N diperoleh zeolit NaP1, zeolit X dan faujasite. Selain itu, komposit

zeolit-TiO₂ telah berhasil disintesis dan terbukti mempunyai kemampuan menyerap dan mendegradasi zat warna biru metilena dengan bantuan sinar UV (foton).

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Steivie Karouw, STP, M.Sc atas bimbingan yang diberikan dalam penulisan makalah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Atkins, P.W., 1999, *Kimia Fisik*, Penerjemah: Irma, I.K., Erlangga, Jakarta, Terjemahan dari: *Physical Chemistry*.
- Bakri, R., Utari, T., Puspita, I.S., 2008, Kaolin Sebagai Sumber SiO₂ Untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂: Karakterisasi dan Uji Katalis Pada Hidrogen Benzena Menjadi Sikloheksana, *MAKARA SAINS*, vol. 12, no. 1, pp. 37-43.
- Barrer, R.M., 1978, *Zeolite and Clay Mineral, Sorbents and Molecular Sieves*, Academic Press., London.
- Bekkum, V.H., Jansen, J.C., Flanigen, E.M., 1991, Zeolite and Molecular Sieves: An Historical Perspective, *Introduction To Zeolite Science And Practice*, vol. 58, pp. 13-33.
- Bell, R.G., 2001, *Promoting The Science of Nanoporous Materials*, British Zeolite Association Publications, London.
- Breck, D.W., 1974, *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*, John Wiley and Sons, New York.
- Desfita, 2009, *Pembuatan Fotokatalis Tio₂-Bentonit dan Aplikasinya Pada Penguraian Selektif Zat Warna Polutan yang Diaktivasi Dengan Sinar Matahari*, skripsi, Universitas Andalas, Medan.
- Ekosse, G.E., 2005, Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-Ray Powder Diffractometry As Complementary Technique In Characterizing Clay Size Fraction Of Kaolin, *Journal of Applied Sciences and Environmental Management*, vol. 9, no. 2, pp. 43-48.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia, 2006, Titan Dioksida Terdispersi Pada Zeolit Alam (TiO₂/Zeolit) Dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Congo Red. *Indonesian Journal of Chemistry*, vol. 69, no.1, pp. 38-42.
- Hamdan, H., 1992, *Introduction To Zeolites: Synthesis, Characterization and Modification*, Universitas Teknologi Malaysia, Kuala Lumpur.

- Hediana, Nova., 2011, *Sintesis, Pencirian, Dan Uji Fotodegradasi Nanokomposit Sodalit/Tio₂ Terhadap Zat Warna Biru Metilena*, skripsi, Institut Pertanian Bogor, Jawa Barat.
- Maria, E.U., Alifia, F.Y., Istadi, 2006, Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X Dari Tawas, Naoh, dan *Waterglass*, dengan Response Surface Methodology, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, vol. 1, no. 3, pp. 26-32.
- Mitra, G.B., Bhattacharjee, 1969, X-Ray Difrraction Studies On The Transformation Of Kaolinite Into Metakaolin: I. Variability Of Interlayer Spacings, *American Mineralogist*, vol. 54.
- Font, O., Moreno, N., Diez, S., Querol, X., López-Soler, A., Coca, P., and Peña, F. G., 2009, Differential Behaviour Of Combustion and Gasification Fly Ash From Puertollano Power Plants (Spain) For The Synthesis Of Zeolites and Silica Extraction, *Journal of Hazardous Materials*, vo. 166, no. 1, pp 94–102.
- Mouzdahir, Y., Elmchaouri, A., Mahboub, R., Gil, A., Korili, S.A., 2007, Adsorption of Methylene Blue From Aqueous Solution On a Moroccan Clay, *Journal of Chemical and Engineering*, vol. 52, pp. 1621-1625.
- Murray, H.H., 2000, Traditional and New Applications For Kaolin, Smectit, and Polygorskite: A General Oview, *Applied Clay Science*, vol. 17, pp. 207-221.
- Pham, T.H., Brindley, G.W., 1970, Methylene Blue Absorption By Clay Mineral Determination Of Surface Areas And Cation Exchange Capacities (Clay-Organic studies XVIII), *Clays and Clay Mineral*, vol. 18, pp. 203-212.
- Thammavong, S., 2003, *Studies of Synthesis, Kinetics, And Particle Size Of Zeolite X From Narathiwat Kaolin*, Tesis, Suranaree University of Technology, Thailand.
- Umah, S., 2010, *Kajian Penambahan Abu Sekam Padi dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin*, Skripsi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang.
- Wijaya, K., 2002, Multifuction of Layered and Porous Material, *Indonesian Journal of Chemistry*, vol. 2, no. 3, pp. 142-154.
- Wijaya, K., dan Fatimah. I., 2005, Sintesis TiO₂/ zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi, *Jurnal Teknoin*, vol. 10, no. 4, pp. 257-267.