

PEMANFAATAN ZEOLIT NAA DARI KAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM BESI (FE) PADA LIMBAH CAIR LABORATORIUM

Ulul Khairi Zuryati ¹⁾ ✉, Ruru Honiar ¹⁾, Fahrurazi ¹⁾

¹⁾ Departemen Kimia FMIPA
Universitas Mataram
ululkhair@unram.ac.id

Abstract

Excessive iron (Fe) content in water caused corrosion and at high amounts are toxic to the human body. One of the laboratory waste water treatment techniques is adsorption method. The adsorbent used in this study was zeolite NaA which was synthesized using kaolin as one of the most abundant minerals in Indonesia. The zeolite obtained was analyzed by FTIR to determine the functional groups. The synthesis of NaA zeolite have been successful indicated by the absorption band appeared in the wavenumber range of 558–546 cm⁻¹ which showed the formation of double ring structure as a characteristic of the NaA zeolite crystal. Optimum pH for adsorption of Fe (II), Fe (III) ions and mixtures in laboratory waste using zeolite NaA is 3. The maximum adsorption capacity of NaA zeolite on Fe (II), Fe (III) ions and laboratory wastewater are 16.00, 18.33, and 6.50 m/g adsorbent. Whereas adsorption equilibrium times for Fe (II), Fe (II), and laboratory deposit waste water were 30, 20, and 10 minutes, respectively.

Keywords: *Laboratory Waste Water, Adsorption, Waste Reduction, Iron (Fe), Zeolite NaA.*

1. PENDAHULUAN

Limbah laboratorium khususnya laboratorium kimia sebagian besar berbentuk limbah cair dari sisa sampel dan pereaksi praktikum maupun dari sisa sampel analisis dan penelitian. Limbah yang dihasilkan mengandung bahan pencemar yang bersifat racun dan berbahaya (B3) ^[1]. Limbah cair laboratorium sangat kompleks dan bervariasi. Pengolahannya lebih sulit daripada mengolah cairan limbah industri atau limbah perairan karena konstituenya bersifat kompleks ^[2]. Sebelum dibuang ke lingkungan limbah tersebut harus melalui penanganan khusus ^[3]. Salah satu jenis limbah laboratorium adalah limbah anorganik yang mengandung logam berat, di antaranya besi (Fe). Bagi manusia kelebihan zat besi (Fe) dapat menimbulkan keracunan dimana terjadi muntah, diare, kerusakan usus, penuaan dini, sirosis, radang sendi, hingga kematian mendadak ^[4].

Berbagai metode dikembangkan untuk menghilangkan atau menurunkan kadar logam berat dalam limbah cair, di antaranya dengan teknologi filtrasi membran, presipitasi elektrokimia, oksidasi fotokimia, koagulasi, fertilisasi, adsorpsi, dan pertukaran ion ^[5]. Di antara metode tersebut, pengurangan kadar logam dalam limbah cair menggunakan teknik adsorpsi lebih disukai karena mudah, murah, dan efektif ^[6]. Adsorpsi merupakan proses dimana zat terlarut yang ada dalam larutan, akan diserap oleh permukaan zat atau benda

Corresponding Author:

✉ Ulul Khairi Zuryati

Received on: 2021-10-07

Revised on: 2023-04-02

Accepted on: 2023-11-12

penyerap yang disebut adsorben. Logam berat dalam limbah cair yang berupa kation dapat diserap dipermukaan adsorben sehingga konsentrasinya dalam larutan akan menurun. Adsorben yang digunakan dalam proses adsorpsi biasanya merupakan zat padat dengan pori di permukaanya[7]. Salah satu adsorben dalam bentuk material berpori yang dapat digunakan dalam pengolahan limbah adalah zeolit NaA ^{[8]-[10]}.

Zeolit NaA ($\text{Na}_{12}\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48} \cdot 27\text{H}_2\text{O}$) adalah senyawa aluminosilikat berpori dengan berbagai sifat yang sangat baik, seperti tidak beracun, porositas tinggi, stabilitas termal yang baik, kemampuan pertukaran ion yang tinggi, saringan molekuler fungsional, dan ramah lingkungan ^[11]. *Zeolite* NaA (tipe LTA) merupakan zeolit sintetis dengan pori-pori yang sangat kecil. *Zeolit* NaA memiliki diameter pori 4 Å, yang dapat dimodifikasi hingga 5 atau 3 Å dengan pertukaran ion dengan larutan kalsium atau garam kalium. *Zeolit* NaA memiliki struktur pori tiga dimensi. Strukturnya terdiri dari sodalite, yang mirip dengan faujasit, tetapi terhubung melalui cincin beranggota empat ganda (D₄R) dari [SiO₄] dan [AlO₄] ^[12]. Beberapa sifat seperti tingginya potensi pertukaran ion, luas permukaan tinggi yang terdistribusikan di seluruh pori-pori, stabilitas termal yang tinggi, dan keasaman tinggi memungkinkan zeolit-A menjadi bahan dengan potensi besar untuk banyak aplikasi penting ^[13]. Beberapa peneliti telah memanfaatkan *zeolit-A* untuk berbagai aplikasi di antaranya adalah sebagai adsorben logam berat seperti seperti Cu, Fe, Cd, bahkan limbah radioaktif Co-60 ^{[14]-[16]}.

Kaolin dapat digunakan sebagai material utama untuk sintesis *zeolit* karena mengandung kaolinit [$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$] sebagai sumber SiO₂ dan Al₂O₃ dengan rasio Si/Al mendekati 1. Rasio Si/Al dari kaolin ini sesuai dengan rasio Si/Al yang dibutuhkan pada sintesis *zeolit A* ^[17]. Umumnya *zeolit* NaA dari kaolin disintesis melalui metode hidrotermal pada suhu rendah yang diawali dengan pembuatan larutan alkalin atau NaOH dalam konsentrasi tertentu. Kemudian larutan alkalin ditambahkan secara perlahan ke dalam kaolin yang sudah diaktivasi menjadi metakaolin. Proses berikutnya adalah kristalisasi pada suhu yang rendah dengan waktu tertentu untuk memperoleh kristal *zeolite* ^[18].

Selama ini limbah cair di laboratorium kimia FMIPA Universitas Mataram belum ditangani secara khusus karena pengolahan limbah laboratorium membutuhkan sistem yang cukup rumit dan biaya yang tinggi. Oleh sebab itu diperlukan metode alternatif penanganan limbah melalui metode adsorpsi yang terbukti cukup murah dan efektif serta ramah lingkungan. Adsorben yang dipilih menggunakan adsorben yang mudah dibuat dalam skala laboratorium, berbahan baku murah, dan tidak bersifat toksik yaitu *zeolit* NaA yang disintesis dari kaolin. Pada penelitian ini *zeolit* NaA disintesis terlebih dahulu dan kemudian diuji menggunakan larutan limbah artifisial yang mengandung logam Fe dan limbah hasil deposit laboratorium menggunakan beberapa parameter uji yang meliputi parameter pH, massa adsorben, dan waktu kontak.

2. METODE DAN BAHAN

2.1. Bahan dan Alat

Penelitian ini dilakukan dalam skala laboratorium dan dilaksanakan di laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Mataram. Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah kaolin Bangka, NaOH (*Merck* p.a), FeNO₃ (*Merck* p.a), kertas pH universal (*Merck*), Kertas Saring *Whatman* No.42, dan akuades. Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas, *hotplate magnetic stirrer*, botol *reagen* poli propilen (PP), tanur, oven, neraca analitik, termometer, penyaring vakum, *shaker*, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) *Spectrum Two Perkin Elmer* dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) *Perkin Elmer*.

2.2. Sintesis Zeolit NaA

Zeolit NaA sebagai material adsorben disintesis dari kaolin dengan metode tanpa templat dan suhu kristalisasi yang rendah. Tahap awal dimulai dengan proses metakaolinisasi kaolin melalui kalsinasi pada suhu 650°C selama 2 jam untuk membentuk fase metakaolin yang bersifat lebih aktif, kemudian dilanjutkan dengan tahap sintesis.

Penyiapan larutan pereaksi sintesis dilakukan dengan pembuatan 2000 mL NaOH konsentrasi 3M, dengan cara melarutkan padatan NaOH menggunakan akuades. Larutan NaOH 3M yang sudah disiapkan kemudian ditambahkan pada metakaolin dengan rasio solid/liquid 1.0 g/25 mL sambil dilakukan pengadukan selama 30 menit dalam botol reagen PP. Setelah itu dilakukan kristalisasi untuk sintesis zeolit NaA pada suhu 100°C selama 24 jam. Hasil sintesis disaring dengan menggunakan penyaring Buchner. Padatan yang diperoleh dicuci dengan akuades sebanyak 3 kali sampai pH netral kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Material yang diperoleh dari setiap tahapan sintesis dan uji adsorpsi dikarakterisasi menggunakan teknik spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dengan pemisahan spektrum 1 cm⁻¹, pada suhu 20 °C. Spektrum direkam pada daerah 4000-400 cm⁻¹. Rendemen sintesis dihitung dari persentase metakaolin dan *zeolit* NaA yang dihasilkan dibandingkan dengan massa kaolin yang digunakan dalam pembuatan *zeolit* NaA. Rendemen metakaolin ditetapkan melalui rumus.

$$\eta_M = \left(\frac{m_M}{m_K} \right) \times 100\% \quad (1)$$

dan rendemen *zeolite* NaA dihitung sebagai

$$\eta_{ZA} = \left(\frac{m_{ZA}}{m_K} \right) \times 100\% \quad (2)$$

η_M adalah efisiensi metakaolin, η_{ZA} adalah efisiensi sintesis *zeolite* NaA, m_K , m_M , dan m_{ZA} masing-masing adalah massa kaolin, metakaolin dan *zeolit* NaA dalam satuan gram.

2.3. Preparasi Larutan Limbah Fe

Larutan limbah artifisial divariasikan menjadi dua jenis yaitu yang mengandung ion Fe(II) dan Fe(III). Larutan stok Fe(II) dengan konsentrasi 1000 ppm disiapkan dengan melarutkan 4.965 g garam FeSO₄.7H₂O menggunakan akuades hingga diperoleh volume 1 L. Sedangkan larutan stok Fe(III) 1000 ppm dengan volume 1 L diperoleh dengan melarutkan 7.214 g Fe(NO₃)₃.9H₂O. Selanjutnya dibuat larutan kerja Fe dengan konsentrasi sesuai kebutuhan melalui pengenceran larutan stok Fe dengan akuades. Adapun limbah cair laboratorium langsung diuji penurunan kadar logam besinya tanpa dilakukan pengenceran, penyaringan, maupun penyesuaian pH larutan.

2.4. Proses Adsorpsi

Uji adsorpsi logam Fe pada limbah laboratorium dilakukan dengan metode *batch* dengan variasi pH, jenis limbah, massa adsorben dan waktu kontak. Limbah yang digunakan adalah limbah yang dideposit dari laboratorium kimia dasar FMIPA Unram dan limbah artifisial yaitu larutan FeSO₄ dan FeNO₃ sebagai pembanding.

Untuk pengujian ini, *zeolit* NaA dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam kemudian didinginkan pada suhu kamar di dalam desikator. Setelah itu ditimbang kembali untuk mengetahui berat yang tepat dan dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi 25 mL limbah cair. Campuran diaduk 125 rpm pada suhu kamar. Variasi penambahan adsorben adalah

sejumlah 0.025; 0,05; 0,1; 0.2; dan 0.3 g, sedangkan variasi waktu kontak dilakukan selama 5, 10, 15, 20, 25, 30, dan 60 menit setelah itu disaring. Padatan yang diperoleh dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 12 jam kemudian dikarakterisasi dengan FTIR. Sedangkan filtrat yang diperoleh diukur dengan menggunakan *instrument Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) untuk mengetahui kadar residual logam Fe dalam limbah cair laboratorium sebelum dan setelah proses adsorpsi.

2.4.1. Penentuan pH Optimum Adsorpsi

Analisis untuk mengetahui pH optimum dilakukan dengan menimbang adsorben sebanyak 0.1 gram, kemudian ditambah dengan larutan limbah sintesis 25 ml. pH campuran selanjutnya diatur pada variasi pH 1,3,5 dan,7 kemudian diadsorpsi selama 30 menit dengan kecepatan pengadukan 125 rpm. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan HCl atau NaOH 1 M. Hasil adsorpsi disaring, Kemudian pada filtrat yang diperoleh dilakukan analisa konsentrasi logam Fe tersisa menggunakan instrumen AAS. Persentase data hasil adsorpsi tertinggi ditetapkan sebagai pH optimum.

2.4.2. Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi pada setiap jenis limbah, yaitu larutan Fe(II), Fe(III), dan limbah deposit laboratorium diukur dengan memvariasikan massa adsorben 0.025; 0,05; 0,1; 0.2; dan 0.3 g Adsorpsi diukur pada pH optimum dengan volume limbah cair 25 mL. Konsentrasi larutan adsorbat dibuat tetap dan waktu kontak adalah 30 menit pada suhu kamar. Persamaan adsorpsi selama proses penyerapan dihitung berdasarkan persamaan kapasitas adsorpsi sebagai berikut:

$$qt = \left(\frac{Co - Ct}{m} \right) x V \quad (3)$$

qt adalah kapasitas adsorpsi (mg/g) pada waktu t (menit), Co adalah konsentrasi awal adsorbat (mg/L), Ct adalah konsentrasi adsorbat (mg/L) pada waktu t (menit), m merupakan masa adsorben (g), dan V adalah volume adsorbat (L). Penentuan kapasitas adsorpsi pada melalui eksperimen.

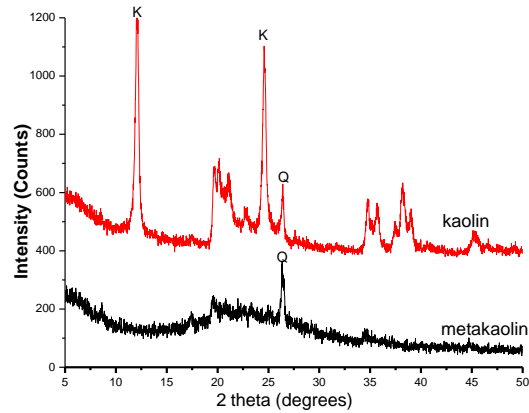
2.4.3. Waktu Keseimbangan

Penentuan waktu keseimbangan adsorpsi ditentukan melalui uji adsorpsi dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20, 25, 30, dan 60 menit pada masing-masing jenis limbah cair laboratorium. Variabel yang lain dibuat tetap yakni pengukuran pada suhu kamar, pH optimum, massa adsorben 0.1 g, waktu kontak 30 menit, volume 25 mL dan konsentrasi larutan 100 ppm. Hasil uji kemudian dimasukkan ke dalam grafik waktu vs konsentrasi limbah cair.

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1. Sintesis Zeolit NaA

Kaolin dikalsinasi pada suhu 650°C selama 2 jam untuk membentuk metakaolin yang berstruktur *amorf*. Bentuk *amorf* ini akan meningkatkan reaktivitas material sebagai *precursor* dalam sintesis *zeolit*. Perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin dilaporkan oleh Zuryati *et.al.* (2020)^[18] dapat diamati melalui difraktogram XRD yang menunjukkan berkurangnya puncak karakteristik kaolinit pada sudut 2θ 12.34° dan 24.64° sebagaimana ditampilkan pada Gambar 1.



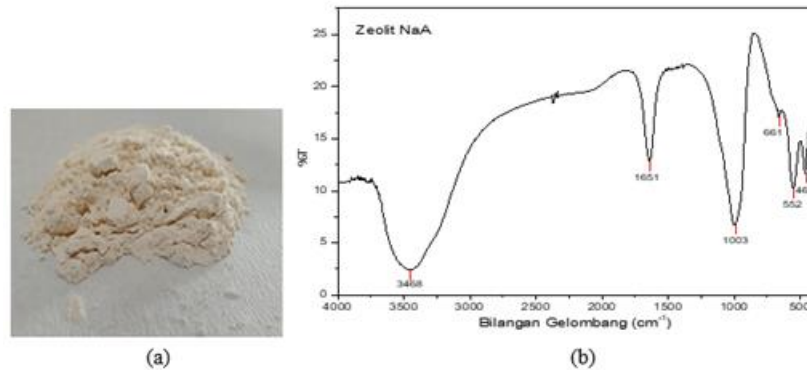
Gambar 1. Pola XRD kaolin dan metakaolin setelah kalsinasi

Setelah kalsinasi, metakaolin yang diperoleh diproses lebih lanjut menjadi *zeolit* NaA Padatan adsorben yang diperoleh berwarna putih krem (Gambar 2a) dengan rendemen sintesis di Tabel 1.

Tabel 1. Rendemen Sintesis *Zeolit* NaA

MATERIAL	MASSA (g)	EFISIENSI (%)
Kaolin	20	-
Metakaolin	17.37	86.86
Zeolit NaA	23.52	117.61

Keberhasilan sintesis adsorben diidentifikasi menggunakan spektrum FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} yang ditunjukkan oleh Gambar 2b



Gambar 2. (a)Padatan zeolit NaA dan (b) Spektrum FTIR *zeolit* NaA

Spektrum inframerah *zeolit* NaA yang telah dihasilkan menunjukkan adanya serapan kuat pada bilangan gelombang 1003 cm^{-1} yang merupakan karakteristik vibrasi ulur asimetrik internal O-Si-O atau O-Al-O dalam kerangka bangun primer tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 . Selain itu muncul pita serapan pada bilangan gelombang 661 cm^{-1} akibat vibrasi ulur simetrik O-Si-O atau O-Al-O dalam kerangka bangun primer tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 dan pita serapan pada rentang bilangan gelombang 463 cm^{-1} akibat dari vibrasi tekuk Si-O atau Al-O. Adapun serapan karakteristik metakaolin yang pada bilangan gelombang 1071 dan 798 cm^{-1} tidak ditemukan, sehingga dapat disimpulkan bahwa semua metakaolin telah bereaksi dalam sintesis. Terbentuknya *zeolit* NaA ditandai dengan perbedaan intensitas yang

kelas pada pita serapan yang muncul pada rentang bilangan gelombang 558– 546 cm^{-1} . Serapan tersebut sebagai indikasi telah terbentuknya cincin ganda (*double ring*) sebagai ciri khas struktur kristal *zeolit* NaA .

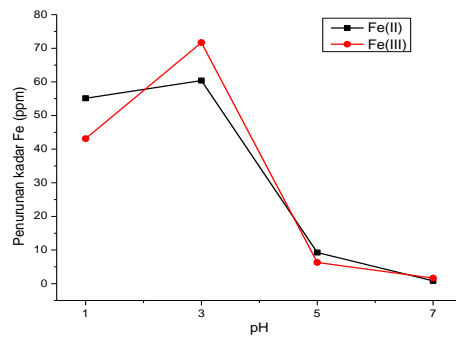
3.2. Penentuan pH Optimum Adsorpsi

Salah satu faktor yang penting dalam proses adsorpsi logam berat adalah pH larutan. Penentuan pH optimum proses adsorpsi limbah logam Fe pada penelitian ini dilakukan pada rentang pH 1-7 pada kedua jenis limbah artifisial yaitu larutan FeSO_4 dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Konsentrasi Fe pada limbah sebelum dan setelah proses adsorpsi ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Konsentrasi Fe pada Limbah Artifisial Fe(II) dan Fe(III) Sebelum dan Setelah Adsorpsi

PH	KONSENTRASI LARUTAN PADA PROSES ADSORPSI (PPM)			
	FE(II)		FE(III)	
	SEBELUM	SETELAH	SEBELUM	SETELAH
1	125.30	70.18	122.00	78.88
3	114.00	53.61	120.60	48.91
5	10.31	1.06	7.51	1.21
7	1.59	0.75	2.20	0.54

Data sebelum adsorpsi menunjukkan bahwa sepada pH rendah atau keasamaan yang tinggi kedua jenis ion Fe(II) maupun Fe(III) memiliki kelarutan yang tinggi. Bertambahnya pH menurunkan kelarutan ion Fe(II) dan Fe(III), pada pH di atas 3 mulai terjadi presipitasi membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_2$ dan $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang ditandai dengan adanya warna kuning pada larutan, karena terjadi interaksi ion dengan OH^- dari larutan. Oleh karena itu diperoleh kelarutan awal sangat rendah yaitu 10.31 ppm pada Fe(II) dan 7.51 ppm pada Fe(III) di pH 5. Pada pH 7 kelarutan Fe(II) dan Fe(III) semakin menurun menjadi 1.59 dan 2.20 ppm.



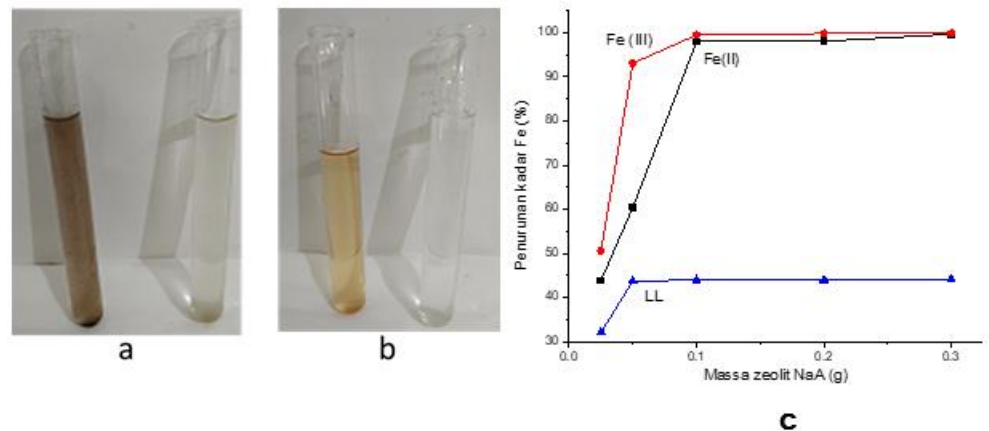
Gambar 3. Grafik hasil adsorpsi logam Fe dengan variasi Ph

Gambar 3 memperlihatkan adsorpsi maksimum dari logam Fe terjadi pada pH 3. Pada pH 1 diperoleh penurunan konsentrasi yang cukup tinggi yakni berkisar antara 40-55 ppm. Penurunan kadar Fe meningkat maksimum pada pH 3 kemudian menurun pada pH yang lebih tinggi karena rendahnya kelarutan Fe pada konsentrasi awal adsorpsi. Pada pH 1 penurunan kadar Fe lebih rendah daripada pH 3 disebabkan oleh banyaknya ion H^+ logam, dengan kata lain ion logam bersaing dengan ion H^+ yang ada dalam sistem untuk mencapai sisi aktif biosorben yang masih tersedia untuk berikatan. Pada pH rendah permukaan

adsorben bermuatan positif karena terjadi protonasi. Peningkatan nilai pH akan menurunkan konsentrasi H^+ dalam sistem sehingga menyebabkan meningkatnya kemampuan adsorpsi. Selanjutnya, adsorpsi mengalami penurunan pada pH yang lebih tinggi ($pH > 3$) karena terjadinya pembentukan kompleks hidroksilasi terlarut dari ion logam dan kompetisinya dengan sisi aktif adsorben ^[19].

3.3. Kapasitas Adsorpsi

Setelah proses adsorpsi pada larutan limbah cair deposit laboratorium (LL) maupun limbah cair artifisial diperoleh warna larutan yang lebih bening (Gambar 4a dan 4b). Larutan setelah adsorpsi LL terlihat lebih berwarna kekuningan, sedangkan larutan setelah adsorpsi limbah artifisial berwarna lebih bersih dan bening. Hal ini terjadi karena LL bersifat kompleks demand kandungan limbah tidak hanya terdiri dari logam Fe namun juga terdapat logam berat lainnya dan juga senyawa organik. Oleh karena itu adsorben tidak dapat bekerja maksimal dalam proses adsorpsi Fe karena terjadi kompetisi dengan adsorbat lain untuk berikatan dengan situs aktif atau berdifusi ke dalam pori *zeolit*.



Gambar 4. Larutan sebelum dan setelah adsorpsi pada kondisi optimum (a) Limbah laboratorium LL, (b) $FeSO_4$ dan (c) Grafik penurunan kadar Fe dengan variasi massa adsorben.

Pada limbah artifisial Fe(II) dan Fe(III) penambahan massa adsorben akan meningkatkan jumlah logam Fe yang teradsorpsi ditandai dengan naiknya grafik penurunan kadar Fe. Adsorpsi di atas massa 0.1 g menunjukkan sangat sedikit penurunan kadar logam Fe karena hampir semua logam Fe telah terserap ke dalam adsorben. Hal ini menandakan bahwa untuk kadar logam Fe(II) awal 63.51 ppm dan Fe(III) awal 73.68 ppm dapat diserap dengan efisiensi adsorpsi 97.96 dan 99.34% oleh 0.1 g zeolite NaA. Dengan demikian diperoleh kapasitas adsorpsi *zeolite* NaA pada Fe(II) adalah 16.00 mg/g, sedangkan pada Fe(III) sebesar 18.33 mg/g. Muatan positif yang lebih banyak pada Fe(III) menjadikan elektron lebih tertarik ke inti atom sehingga ukuran jari-jari ion menjadi lebih kecil. Ukuran partikel ion yang lebih kecil ini memungkinkan difusi ke dalam pori adsorben lebih baik dibandingkan dengan Fe(II) sehingga kapasitas adsorpsi meningkat.

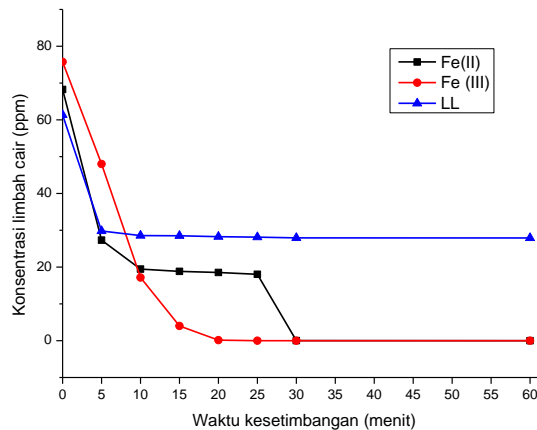
Kapasitas adsorpsi limbah cair deposit laboratorium (LL) hanya sebesar 6.50 mg/g dengan efisiensi 43.96% pada massa adsorben 0.5 g. Penambahan massa adsorben lebih lanjut tidak memperlihatkan naiknya jumlah logam Fe yang terserap. Hal ini disebabkan karena LL bersifat kompleks sehingga kotoran maupun adsorbat logam lain bersaing dalam difusi ke situs aktif dan pori adsorben. Di samping itu diduga terjadi kerusakan struktur adsorben oleh bahan organik dalam limbah cair sehingga adsorpsi tidak bisa maksimal walaupun dilakukan penambahan massa.

Tabel 3. Kapasitas dan Efisiensi Adsorpsi

PARAMETER	JENIS LIMBAH CAIR LABORATORIUM		
	FE(II)	FE(III)	LL
Konsentrasi Awal (ppm)	63.51	73.68	59.16
Konsentrasi Akhir (ppm)	1.29	0.34	33.15
Kapasitas Adsorpsi (mg/g)	16.00	18.33	6.50
Efisiensi Adsorpsi (%)	97.96	99.34	43.96

3.4. Waktu Kesetimbangan

Waktu kesetimbangan adsorpsi ditampilkan pada Gambar 5. Antara ketiga jenis limbah yaitu limbah artifisial Fe(II), Fe(III), dan LL terlihat perbedaan pola waktu kesetimbangan. Pada Fe(II) di menit awal sampai menit ke-10 terjadi pengurangan konsentrasi yang cukup signifikan. Kemudian antara menit ke-10-25 penambahan jumlah Fe yang teradsorpsi sangat kecil. Penurunan konsentrasi berikutnya terjadi di menit ke 25-30 kemudian sampai menit 60 hampir tidak ada penyerapan Fe karena jumlah logam Fe dalam limbah sudah mendekati nol. Sedangkan untuk logam Fe(III) pola waktu kesetimbangan terlihat tajam di menit awal sampai menit 10, kemudian grafik melandai di menit berikutnya sampai ke menit 20. Setelah menit 20 grafik mendatar menunjukkan telah terjadi kesetimbangan adsorpsi. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa waktu kesetimbangan limbah cair artifisial adalah 30 menit untuk Fe(II) dan 20 untuk Fe(III). Limbah cair LL menunjukkan waktu kesetimbangan adsorpsi yang sangat cepat yaitu pada waktu menit ke-10. Setelah itu sangat sedikit penurunan konsentrasi logam Fe yang terukur. Fenomena ini menandakan penyerapan LL dengan komposisi yang kompleks sangat cepat membuat adsorben menjadi jenuh sehingga tidak dapat lagi menyerap logam dalam limbah.

**Gambar 5.** Grafik waktu kesetimbangan adsorpsi

KESIMPULAN

Zeolit NaA berbahan baku kaolin sebagai alternatif adsorben logam berat dalam limbah cair laboratorium telah berhasil disintesis dalam skala laboratorium dengan efisiensi 117.61%. Proses adsorpsi logam Fe dalam limbah cair laboratorium dipengaruhi oleh pH, jenis limbah, massa adsorben dan waktu kontak. Adsorpsi logam Fe(II) maupun Fe(III) dapat berlangsung

optimum pada pH 3. Adsorben yang digunakan sangat baik digunakan pada limbah cair artifisial dengan nilai kapasitas adsorpsi masing-masing 16.00 mg/g pada Fe(II) dan 18.33 mg/g pada Fe(III). Sedangkan pada limbah deposit laboratorium (LL) diperoleh kapasitas adsorpsi logam Fe yang lebih rendah yaitu 6.50 mg/g/ dengan persentase penurunan kadar sebesar 43.96%. Hal ini disebabkan karena pada LL terdapat adsorbat lain yang ber-saing untuk dapat berikatan pada situs aktif dan berdifusi pada pori zeolit.

PERNYATAAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Sumber Daya Dirjen Pendidikan Tinggi Kemendikbudristek yang telah mendanai penelitian ini melalui skema Program Pengembangan Profesi Pranata Laboratorium Pendidikan (PP-PLP) Tahun Anggaran 2021 dengan Nomor: 179.17/E4.3/TA.03.01/2021.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Sulistyanti, A. Antoniker, and N. Nasrokhah, "Penerapan Metode Filtrasi dan Adsorpsi pada Pengolahan Limbah Laboratorium," *EduChemia (Jurnal Kim. dan Pendidikan)*, vol. 3, no. 2, p. 147, 2018.
- [2] J. C. Lou and C. K. Chang, "Completely treating heavy metal laboratory waste liquid by an improved ferrite process," *Sep. Purif. Technol.*, vol. 57, no. 3, pp. 513–518, Nov. 2007.
- [3] N. Herdyastuti, Rusmini, and S. E. Cahyaningrum, "Adsorption of copper metal waste in prototypes on a laboratory scale," *Atl. Highlights Chem. Pharm. Sci.*, vol. 1, no. 1, pp. 43–46, 2019.
- [4] Oktasari, "Adsorpsi Ion Logam Fe Dalam Limbah Air Asam Tambang Sintetis Menggunakan Metode Batch." Available: <http://repository.um-palembang.ac.id/id/eprint/2516>. 2017.
- [5] G. Ketsela, Z. Animen, and A. Talema, "Adsorption of Lead (II), Cobalt (II) and Iron (II) From Aqueous Solution by Activated Carbon Prepared from White Lupine (Gibito) Husk," *J. Thermodyn. Catal.*, vol. 11, no. 2, pp. 1–8, 2020.
- [6] M. Á. Lobo-Recio, C. Rodrigues, T. Custódio Jeremias, F. R. Lapolli, I. Padilla, and A. López-Delgado, "Highly efficient removal of aluminum, iron, and manganese ions using Linde type-A zeolite obtained from hazardous waste," *Chemosphere*, vol. 267, p. 128919, Mar. 2021.
- [7] I. H. Abd El Maksod, E. A. Elzaharany, S. A. Kosa, and E. Z. Hegazy, "Simulation program for zeolite A and X with an active carbon composite as an effective adsorbent for organic and inorganic pollutants," *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 224, pp. 89–94, 2016.
- [8] E. I. Basaldella, P. G. Vázquez, F. Iucolano, and D. Caputo, "Chromium removal from water using LTA zeolites: Effect of pH," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 313, no. 2, pp. 574–578, 2007.
- [9] Z. Jiang, J. Yang, H. Ma, X. Ma, and J. Yuan, "Synthesis of pure NaA zeolites from coal fly ashes for ammonium removal from aqueous solutions," *Clean Technol. Environ. Policy*, vol. 18, no. 3, pp. 629–637, 2016.
- [10] X. Zhang, G. Sun, and R. Yang, "Synthesis of Zeolite NaA at Low Temperatures: Characterization, Cobalt Exchange and Enhanced Catalytic Activity of Styrene Epoxidation," *Pet. Chem.*, vol. 57, no. 12, pp. 1093–1098, 2017.

- [11] S. Su, H. Ma, and X. Chuan, "Hydrothermal synthesis of zeolite A from K-feldspar and its crystallization mechanism," *Adv. Powder Technol.*, vol. 27, no. 1, pp. 139–144, 2016.
- [12] V. Y. Prokofev, N. E. Gordina, and A. M. Efremov, "Synthesis of type A zeolite from mechanoactivated metakaolin mixtures," *J. Mater. Sci.*, vol. 48, no. 18, pp. 6276–6285, 2013.
- [13] A. R. Loiola, J. C. R. A. Andrade, J. M. Sasaki, and L. R. D. Da Silva, "Structural analysis of zeolite NaA synthesized by a cost-effective hydrothermal method using kaolin and its use as water softener," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 367, no. 1, pp. 34–39, 2012.
- [14] M. M. Selim, D. M. El-Mekkawi, R. M. M. Aboelenin, S. A. Sayed Ahmed, and G. M. Mohamed, "Preparation and characterization of Na-A zeolite from aluminum scrub and commercial sodium silicate for the removal of Cd²⁺ from water," *J. Assoc. Arab Univ. Basic Appl. Sci.*, vol. 24, pp. 19–25, 2017.
- [15] Y. A. Mustafa and M. J. Zaiter, "Treatment of radioactive liquid waste (Co-60) by sorption on zeolite Na-A prepared from Iraqi kaolin," *J. Hazard. Mater.*, vol. 196, pp. 228–233, 2011, doi: 10.1016/j.jhazmat.2011.09.013.
- [16] I. O. Ali, S. M. El-Sheikh, T. M. Salama, M. F. Bakr, and M. H. Fodial, "Controllable synthesis of NaP zeolite and its application in calcium adsorption," *Sci. China Mater.*, vol. 58, no. 8, pp. 621–633, 2015, doi: 10.1007/s40843-015-0075-9.
- [17] M. Gougazeh and J. C. Buhl, "Synthesis and characterization of zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian kaolin," *J. Assoc. Arab Univ. Basic Appl. Sci.*, vol. 15, no. 1, pp. 35–42, 2014, doi: 10.1016/j.jaubas.2013.03.007.
- [18] U. K. Zuryati, N. Ismillayli, M. Kafillah, N. A. Sholeha, E. Santoso, and D. Prasetyoko, "Efficient and sustainable synthesis of zeolite NaA from Bangka kaolin: A study of reused filtrate as partial nutrients for the next synthesis," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2197, 2020, doi: 10.1063/1.5140922.
- [19] D. Arifiyana and V. A. Devianti, "Biosorpsi Logam Besi (Fe) Dalam Media Limbah Cair Artifisial Menggunakan Adsorben Kulit Pisang Kepok (*Musa acuminata*)," *J. Kim. Ris.*, vol. 5, no. 1, p. 1, 2020, doi: 10.20473/jkr.v5i1.20245.