

PURIFIKASI LIMBAH SPENT ACID DENGAN PROSES ADSORPSI MENGGUNAKAN ZEOLIT DAN BENTONIT

Susila Arita*, Risa Purnama Sari, Ivana Liony

^{*)}Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
Jln. Raya Palembang – Prabumulih Km.32 Inderalaya Ogan Ilir (OI) 30662
Email: susila_arita@yahoo.com

Abstrak

Tujuan penelitian adalah membandingkan efektivitas adsorben jenis zeolit dan bentonit dalam pengolahan limbah *spent acid* dan *me-recovery* asam sulfat. Pemurnian *spent acid* dilakukan dengan proses adsorpsi menggunakan sistem kolom sebanyak 2 tahap secara seri. Analisa hasil dilakukan dengan uji konsentrasi H_2SO_4 , dilanjutkan dengan uji pH, dan uji persentase penurunan warna untuk melihat perbedaan antar perlakuan. Adsorben jenis zeolit alam dan bentonit alam berasal dari Provinsi Jambi sedangkan *spent acid* diperoleh dari PT. PERTAMINA RU III Palembang. Adsorben dimasukkan setinggi 20cm pada masing-masing kolom. *Spent acid* masuk ke dalam kolom adsorber kaca masing-masing sebanyak 600 ml. Hasil penelitian menunjukkan pengolahan *spent acid* pada proses adsorpsi tahap 2 dengan adsorben zeolit didapat produk dengan spesifikasi *yield* sebanyak 110 ml, konsentrasi asam sulfat mencapai 97,4906 % (b/v), pH 0,21, warna 1150Pt-Co, waktu adsorpsi mencapai 325menit. Sedangkan untuk bentonit didapat produk dengan spesifikasi *yield* sebanyak 70ml, konsentrasi asam sulfat 95,5389%(b/v), pH 0,23, warna 1885 Pt-Co, lama waktu adsorpsi hanya 90 menit.

Kata Kunci: adsorpsi, bentonit, *spent acid*, zeolit

Abstract

The research objective was to compare the effectiveness of the adsorbent types zeolite and bentonite in treatment of spent acid and recovering sulfuric acid. Purification of spent acid is done by adsorption process using a system of columns by 2 stages in series. Analysis of results conducted by H_2SO_4 concentration test, followed by pH test, and the percentage drop of color test to see the differences between the treatments. Adsorbent types of natural zeolite and natural bentonite derived from Jambi province while the spent acid obtained from PT. Pertamina RU III Palembang. Adsorbent put as high as 20cm on each column. Spent acid get into glass adsorber column each 600ml. The results showed the treatment of spent acid by adsorption process stage 2 using the zeolite adsorbent obtained with the specifications of the product yield as much as 110 ml, the concentration of sulfuric acid reached 97.4906% (w/v), pH 0.21, color 1150Pt-Co, adsorption time reached 325 minutes. As for bentonite products to the specifications obtained yield as much as 70ml, sulfuric acid concentration 95.5389% (w/v), pH 0.23, 1885Pt-Co color, adsorption time only 90 minutes.

Key words: adsorption, bentonite, spent acid, zeolite

1. PENDAHULUAN

Limbah merupakan masalah utama dalam pengendalian dampak lingkungan, salah satunya adalah *spent acid*. *Spent acid* merupakan potensial *hazard* dari kegiatan *crude oil* yang termasuk limbah bahan berbahaya dan beracun. *Spent acid* merupakan asam hasil limbah dari unit alkilasi pengolahan *crude oil* untuk menjadi suatu gas yang berguna sebagai adiktif guna menaikkan angka oktan dari bahan bakar premium, komposisi nya sebagian besar ialah asam sulfat yang berperan sebagai katalis utama dalam reaksi antara iso butilen dan iso butana yang akan bereaksi untuk membentuk iso oktana. *Spent acid* dianggap sebagai limbah, di sisi lain merupakan sumber asam sulfat. Buangan limbah *spent acid* dari

kilang minyak bumi yang terus-menerus, serta permintaan asam sulfat yang tinggi di pasar antarum mendorong teknologi pengelolaannya agar dicapai dengan cara ekonomis, efisien, fleksibel, dan aman. Jika dilihat dari sisi efisiensi dan keekonomisan, proses adsorpsi bisa dijadikan pilihan utama dikarenakan tidak banyak memakan biaya untuk pengadaan alat-alat besar dan penggunaan bahan baku yang murah. Penggunaan zeolit dan bentonit sebagai adsorben pada pengolahan limbah *spent acid* dilakukan 2 tahap secara seri agar mencapai hasil yang optimum. Mineral alam zeolit menunjukkan sifat penukar ion, adsorpsi, *molecular sieving* dan katalis sehingga memungkinkan digunakan dalam pengolahan

limbah industri. Sedangkan bentonit juga merupakan salah satu jenis adsorben sebagai penukar kation yang baik. Penggunaan mineral alam zeolit dan bentonit dalam upaya pengembangan pengolahan mineral di Indonesia dan meningkatkan nilai tambah mineral.

Tujuan penelitian yakni membandingkan perubahan warna, pH, dan konsentrasi H_2SO_4 yang terjadi pada sampel sebelum dan sesudah proses adsorpsi. Mengetahui jenis adsorben yang paling baik dalam memurnikan limbah *spent acid* serta mengetahui apakah proses adsorpsi dengan 2 tahapan secara seri lebih baik dalam pengelolaan limbah *spent acid*. Manfaat penelitian adalah untuk menambah referensi mengenai pengelolaan limbah *spent acid* menggunakan adsorben jenis zeolit dan bentonit dengan proses adsorpsi 2 tahap secara seri. Ruang lingkup penelitian ialah limbah *spent acid* yang digunakan didapat dari PT. PERTAMINA RU III Palembang. Adsorben yang digunakan dalam proses adsorpsi ialah adsorben jenis zeolit alam dan bentonit alam yang berasal dari Provinsi Jambi.

Konsentrasi asam sulfat yang digunakan sebagai katalis ialah dengan kisaran mencapai 98%. Secara teori, kehadiran suatu katalis pada suatu reaksi kimia ialah dengan tidak ikut bereaksi untuk membentuk suatu produk baru. Pada unit alkilasi ini sebagai hasil sampingannya ialah asam yang telah encer. Aliran *spent acid* mengalir ke beberapa proses selanjutnya untuk diambil hidrokarbon, dimana hidrokarbon ini akan dikembalikan kembali ke proses dan *spent acid* akan disimpan di penyimpanan. Konsentrasi asam sulfat pada proses alkilasi harus sangat hati-hati dalam penanganannya, semata-mata untuk mencegah reaksi yang tidak diinginkan. Reaksi ini akan terjadi apabila kekuatan asam dari *feed* mencapai kadar asam sulfat yang sampai 87%. Pada konsentrasi asam, kondisi reaksi tidak mempengaruhi reaksi alkilasi antara olefin dan isobutana. Malahan, olefin akan bereaksi dengan zat lain untuk membentuk polimer *conjunct* yang mana diketahui sebagai lumpur asam, asam pelarut minyak, dan minyak *read*.

Polimer *conjunct* akan terlarut di asam sulfat dan juga akan menurunkan konsentrasi asam sulfat tersebut, bersamaan konsentrasi asam yang turun, reaksi akan membentuk polimer *conjunct* tambahan yang lebih disukai dan mempercepat reaksi. Reaksi lain yang juga terbentuk ialah oksidasi polimer oleh asam sulfat. Polimer dioksidasi menjadi sebuah tar dan asam sulfat pun direduksi menjadi air dan SO_2 , reaksi ini akan terjadi baik di unit proses alkilasi ataupun di penyimpanan *spent acid*.

Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan asam mineral anorganik yang kuat. Zat ini larut dalam air pada semua perbandingan. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan dan merupakan salah satu produk utama industri kimia. Asam sulfat murni yang tidak diencerkan tidak dapat ditemukan secara alami di bumi oleh karena sifatnya yang higroskopis. Asam sulfat 98% umumnya disebut sebagai asam sulfat pekat. Terdapat berbagai jenis konsentrasi asam sulfat yang digunakan untuk berbagai keperluan seperti kegunaan laboratorium, asam baterai, asam bilik atau asam pupuk, asam menara atau, asam pekat. Mutu teknis H_2SO_4 tidaklah murni dan seringkali berwarna. Mutu murni asam sulfat digunakan untuk membuat obat-obatan dan zat warna.

Adsorpsi adalah suatu proses yang terjadi ketika fluida cairan maupun gas terikat pada suatu padatan atau cairan (adsorben) dan kemudian membentuk suatu lapisan tipis atau *film* (adsorbant) pada permukaannya. Proses ini menghasilkan akumulasi konsentrasi zat tertentu dipermukaan media setelah terjadi kontak antar muka atau bidang batas cairan dengan cairan, cairan dengan gas atau cairan dengan padatan dalam waktu tertentu. Berdasarkan fenomena terbentuknya, adsorpsi dibedakan menjadi 3 jenis, yaitu adsorpsi kimia, adsorpsi fisika dan pertukaran ion. Kinetika adsorpsi suatu zat dapat diketahui dengan mengukur perubahan konsentrasi zat teradsorpsi tersebut. Kinetika adsorpsi dipengaruhi oleh kecepatan adsorpsi. Kecepatan ini berbanding terbalik dengan kuadrat diameter partikel, bertambah dengan kenaikan konsentrasi zat terlarut bertambah dengan kenaikan temperatur dan berbanding terbalik dengan konsistensi berat molekul zat terlarut (Freeman 1989).

Di Indonesia, zeolit sebagai salah satu penukar ion alami yang banyak tersedia, murah dan mudah didapat. Kerangka dasar struktur zeolit yakni terdiri dari unit tetrahedral AlO_2 dan SiO_2 yang saling berhubungan melalui atom O, sehingga zeolit mempunyai rumus empiris sebagai berikut $M_{2/n}O \cdot Al_2O_3 \cdot xSiO_2 \cdot yH_2O$. Zeolit sebagai *ion exchanger* telah diketahui dan digunakan sebagai penghilang polutan kimia. Akhir-akhir ini, para peneliti juga banyak mempelajari prospek zeolit dalam pengelolaan limbah industri. Contoh pemanfaatan zeolit yang telah diteliti diantaranya untuk pemisahan ammonia atau ammonium ion dari air limbah industri, untuk pemisahan hasil fisi dari limbah radioaktif. Zeolit juga digunakan antara lain pada proses pemurnian metil khlorida dalam industri karet, pemurnian fraksi alkohol, metanol, benzen,

xylene, LPG dan LNG pada industri petrokimia, untuk hidrokarbon propellents-fillers aerosol untuk pengganti freons, dan penyerap klorin, bromin dan fluorin.

Tabel 1. Sifat-Sifat Psikokimia Zeolit Alami

Senyawa kimia	%
SiO ₂	68,26
Al ₂ O ₃	12,99
Fe ₂ O ₃	1,37
CaO	2,09
MgO	0,83
K ₂ O	4,11
TiO ₂	0,23
Na ₂ O	0,64
MnO	0,06
CEC	120 meq/100 g
Ukuran partikel	< 75um
Ukuran saluran molekul	7,9 A X 3,5 A
S _{BET}	16,0 m ₂ /g
Volum pori	0,039 cm ₂ /g
pH	7,5

(Sumber : MSDS Oxy Chem)

Bentonit merupakan istilah dalam dunia perdagangan untuk *clay* yang mengandung monmorillonit. Bentonit berbeda dari *clay* lainnya karena hampir seluruhnya (75%) merupakan mineral monmorillonit. Kandungan utama bentonit adalah mineral monmorillonit dengan rumus kimia $[Al_{1,67}Mg_{0,33}(Na_{0,33})]Si_4O_{10}(OH)_2$. Warnanya bervariasi dari putih ke kuning, sampai hijau zaitun, coklat kebiruan. Bentonit merupakan bahan baku untuk pembuatan *bleaching earth*, yang diperoleh dengan aktivasi. (Hymore, 1996). Bentonit mempunyai sifat mengadsorpsi, karena ukuran partikel koloidnya sangat kecil dan memiliki kapasitas permukaan yang tinggi. Bentonit juga mempunyai struktur berlapis dengan kemampuan mengembang (*swelling*) dan memiliki kation-kation yang dapat ditukarkan. Provinsi Jambi memiliki sumber daya alam bentonit yang cukup banyak, salah satunya berasal dari daerah Rengas. (Suharto, 1997). Peningkatan efektifitas penyerapan pada bentonit dapat dilakukan dengan aktivasi. Proses aktivasi dibedakan menjadi dua cara, yaitu aktivasi secara fisika adalah pemakaian panas hampir di semua reaksi yang ada tanpa pemberian zat aditif. Pemanasan di atas suhu 300-700°C menyebabkan proses pengeluaran molekul air dari rangkaian kristal sehingga dua gugus OH yang berdekatan saling melepaskan satu molekul air (Prasetya, 2004)

Aktivasi secara kimia dilakukan dengan menggunakan asam mineral akan meningkatkan daya serap karena asam mineral

melarutkan pengotor-pengotor yang menutupi pori-pori adsorben (Supeno, 2007). Bentonit yang telah mengalami aktivasi akan meningkatkan kemampuan adsorpsinya.

Tabel 2. Komposisi Kimia Bentonit Alami

Senyawa kimia	Na-Bentonit(%)	Ca-Bentonit(%)
SiO ₂	61,3-61,4	62,12
Al ₂ O ₃	19,8	17,33
Fe ₂ O ₃	3,9	5,30
CaO	0,6	3,68
MgO	1,3	3,30
Na ₂ O	2,2	0,50
K ₂ O	0,4	0,55
H ₂ O	7,2	7,22

(Sumber : Puslitbang Tekmira, 2005)

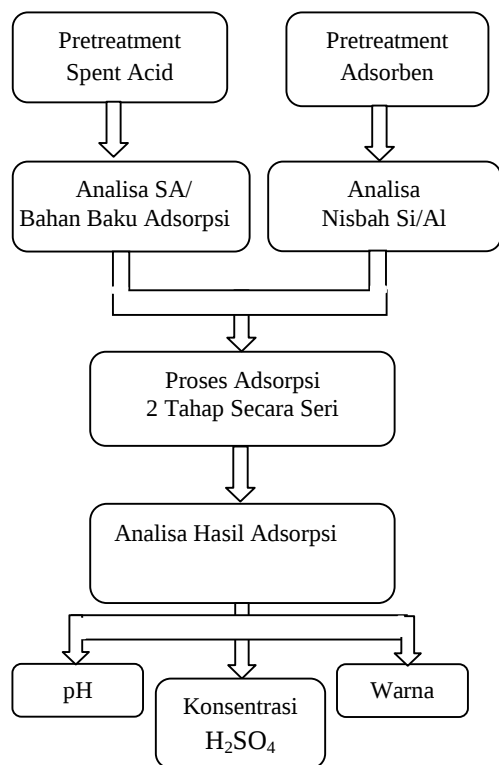
Penelitian mengenai pengelolaan limbah *spent acid* sebelumnya telah dilakukan dengan menggunakan beberapa jenis bentonit melalui proses adsorpsi 1 tahap. Hasil penelitian menunjukkan bentonit mampu menyerap impuritis dalam limbah *spent acid* dan bentonit asal daerah Rengas merupakan bentonit dengan kinerja yang baik dalam pemurnian limbah *spent acid*. (Prima, RA dkk, 2014). Dari hasil penelitian terdahulu maka dilakukan penelitian lanjutan pengelolaan limbah *spent acid* menggunakan adsorben jenis zeolit dan bentonit rengas dengan proses adsorpsi 2 tahap secara seri.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Laboratorium Operasi Teknik Kimia Jurusan Teknik Kimia Universitas Sriwijaya pada Agustus 2015 sampai dengan Desember 2015.

Alat yang digunakan pada penelitian antara lain *furnace*, kolom adsorber kaca, pompa vakum, ayakan 100 *mesh* dan 120 *mesh*, cawan, gelas beker, labu takar, gelas erlenmeyer, pH meter, *spectrofotometre*, kertas saring, *hotplate*, buret digital, statif, neraca analitik, *grinder*, corong kaca, batang pengaduk, *aluminium foil*, dan gabus.

Bahan yang digunakan yaitu Limbah *Spent acid* PT. Pertamina RU III Palembang, Zeolit Daerah Jambi, Bentonit Rengas, Natrium Karbonat (Na₂CO₃), Asam Klorida (HCl), Asam Sulfat (H₂SO₄), Asam Fluorida HF 1:1, Amonia (NH₃) 1:1, Amonium Klorida (NH₄Cl), Indikator metil merah, Asam Oksalat, Natrium Hidroksida (NaOH), Indikator, Aquadest PP/phenolphthalein (C₂₀H₁₄O₄), Larutan *Buffer* 4,0 dan 7,0 dan Air.



Gambar1. Diagram proses penelitian pemurnian *spent acid*

Adapun prosedur penelitian yaitu sebagai berikut:

Pre Treatment Adsorben

- 1) Adsorben dijemur dibawah sinar matahari secara langsung.
- 2) Adsorben dihaluskan dengan bantuan grinder dan diayak dengan dengan lolosan 100 mesh dan tertahan di lolosan 120 mesh
- 3) Adsorben yang berbentuk bubuk dicuci dengan 2x pencucian menggunakan aquadest dan disaring menggunakan kertas saring.
- 4) Setelah pencucian, Adsorben diaktivasi dengan suhu tinggi menggunakan furnace pada suhu 400 °C selama 6 jam
- 5) Setelah 6 jam, Adsorber didinginkan dan disimpan di tempat kering.

Pre Treatment Spent acid

- 1) *Spent acid* diencerkan dengan perbandingan pengenceran 1/5 (1 bagian untuk *spent acid* dan 5 bagian untuk air)
- 2) Kemudian *spent acid* disaring dengan kertas saring sebanyak 2 lapis.

Persiapan Proses Adsorpsi

- 1) Adsorber kaca dipasang pada statif dan dikencangkan.
- 2) Menghubungkan keluaran adsorber dengan Erlenmeyer

- 3) Menghubungkan lubang khusus pada kolom adsorber dengan selang yang terhubung ke pompa vakum.

Proses Adsorpsi

- 1) Memasukkan zeolit/ bentonit ke dalam adsorber kaca setinggi 20cm dan dihitung beratnya.
- 2) Setelah dimasukkan, pompa vakum dihidupkan untuk memadatkan zeolit yang berada dalam adsorber kaca kolom I
- 3) Sampel limbah kemudian dimasukkan dari atas adsorber kaca
- 4) Hidupkan pompa vakum, tunggu sampai sampel kolom I turun kebawah dan ditampung Erlenmeyer
- 5) Sampel hasil adsorpsi dari kolom I selanjutnya diabsorpsi kembali secara seri untuk kolom II.
- 6) Langkah a-e dilakukan hal yang sama dengan untuk penggunaan bentonit sebagai adsorben.

Prosedur Analisa

- 1) Analisa Kadar SiO_2 dan Al_2O_3

Analisa kadar silika dan alumina dilakukan pada zeolit dan bentonit setelah aktivasi untuk mengetahui kadar silika dan alumina yang dimilikinya. Analisa dilakukan untuk mendapatinformasi awal potensi adsorben dalam pengelolaan limbah *spent acid*.

- 2) Analisa Sampel Hasil Adsorpsi

Analisa sampel hasil adsorpsi dilakukan untuk mengetahui perubahan konsentrasi H_2SO_4 , pH, dan warna yang terjadi pada limbah *spent acid* setelah diolah dengan zeolit dan bentonit. Sampel terdiri atas 6 jenis yakni: Sampel 1 (*spent acid* murni), sampel 2(*spent acid* hasil pengenceran), sampel 3 (larutan *spent acid* hasil adsorpsi oleh zeolit pada kolom 1), sampel 4 (larutan *spent acid* hasil adsorpsi oleh zeolit pada kolom 2), sampel 5 (larutan *spent acid* hasil adsorpsi oleh bentonit pada kolom 1), sampel 6 (larutan *spent acid* hasil adsorpsi oleh bentonit pada kolom 2)

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Larutan *spent acid* dialirkan dalam kolom adsorber dengan adsorbennya adalah zeolit dan bentonit. Tujuan proses adsorpsi adalah untuk menyerap impuritis yang ada dalam larutan *spent acid* agar H_2SO_4 dapat direcovery. Limbah *spent acid* diencerkan dengan air pada perbandingan 1/5 sebagai *treatment* awal. Proses ini dilakukan untuk membantu penyaringan solid pada *slurry spent acid*. Apabila proses penyaringan dilakukan pada *spent acid* murni maka kertas *Whitman* sebagai media penyaring akan terbakar (Arita S, dkk, 2014). Sebelum proses adsorpsi, dilakukan

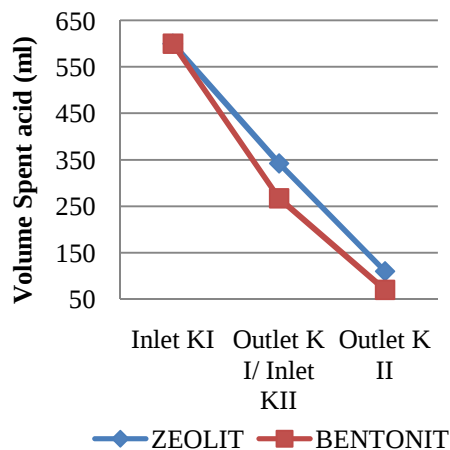
proses peningkatan kualitas zeolit dan bentonit alam diawali dengan penggerusan diikuti dengan pengayakan dan aktivasi. Aktivasi adsorben dilakukan secara fisika dengan pemanasan pada temperatur 400°C selama 6 jam sebagai *treatment* awal. Berdasarkan penelitian terdahulu, daya adsorpsi optimum yang mampu diperoleh zeolit yakni dengan aktivasi pada temperatur 400°C sebesar 9,05 %. Daya adsorpsi tanpa aktivasi fisik sangat kecil yaitu sebesar 1,5 %.

Analisa nisbah Si/Al dilakukan untuk mendapatkan informasi awal potensi adsorben dalam pengelolaan limbah *spent acid*. Analisa dilakukan pada adsorben yang sudah diaktivasi untuk mengetahui keberhasilan aktivasi dalam peningkatan kadar silika dan alumina.

Tabel 2.Kadar SiO₂ dan Al₂O₃pada Zeolit dan Bentonit Alam setelah Aktivasi

Jenis Adsorben	Kadar SiO ₂ (%)	Kadar Al ₂ O ₃ (%)	Rasio Si/Al
Zeolit Alam	79,01	2,59	30,51
Bentonit Alam	74,05	2,07	36,26

Dari hasil analisa, terbukti bahwa aktivasi dapat meningkatkan nisbahSiO₂ dan Al₂O₃ dan didapat kesimpulan bahwa zeolit memiliki nisbah Si/Al yang lebih rendah dibanding bentonit sehingga zeolit berpotensi lebih baik dalam pengelolaan limbah *spent acid*.

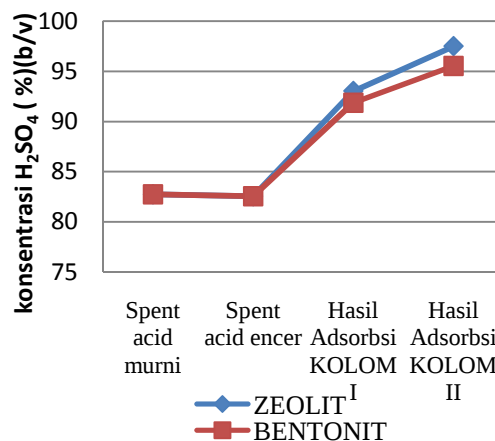


Gambar 2.Volume Sampel Input dan Output Kolom Adsorpsi

Proses adsorpsi 2 tahap (seri) dilakukan dengan menggunakan zeolit dan bentonit dengan tinggi yang sama yakni 20 cm dimana input kolom I adalah *spent acid* encer sebanyak 600 ml yang dialirkan dari atas kolom kemudian melewati adsorben sehingga terjadi proses

adsorpsi. *Spent acid* turun melewati adsorben dibantu dengan pompa yang dihubungkan dari bawah kolom guna mempercepat turunnya *spent acid*. Proses adsorpsi dilakukan hingga seluruh feed turun dan ditampung erlenmeyer di bawah kolom. Outlet kolom adsorpsi tahap I yang telah didapat kemudian dijadikan inlet untuk kolom adsorpsi tahap II. Sehingga didapat sampel akhir hasil adsorpsi yakni sampel 4dengan adsorben zeolit sebanyak 110 ml dan sampel 6 dengan adsorben bentonit sebanyak 70ml. Pada gambar 4.1. dapat dilihat bahwa adsorben jenis bentonit mengeluarkan output yang lebih sedikit. Hal ini juga menandakan bahwa bentonit memiliki daya serap terhadap larutan *spent acid* yang lebih besar.

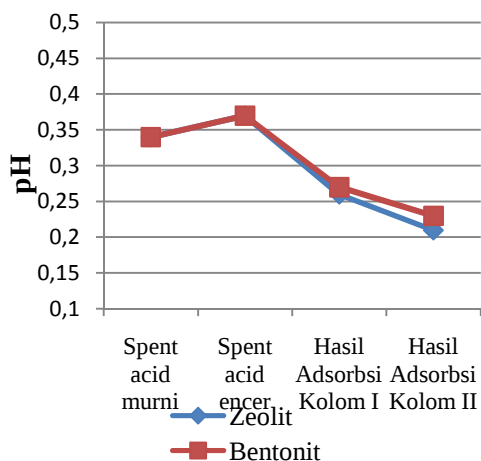
Analisa konsentrasi H₂SO₄ dilakukan dengan metode titrasi yang bertujuan untuk mengetahui perubahan konsentrasi asam sulfat dari larutan *spent acid* setelah melewati proses adsorpsi. Hasil analisa konsentrasi dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



Gambar 3. Perubahan Konsentrasi Asam Sulfat

Gambardiatas menunjukkan bahwa sampel 1 dan 2 memiliki konsentrasi H₂SO₄ yang hampir sama yakni mendekati 83% dan juga merupakan konsentrasi asam sulfat yang paling rendah. Hal ini karena sampel belum diadsorpsi dan hanya melewati proses penyaringan sehingga masih mengandung impuritis ditandai dengan warna sampel yang masih hitam pekat. Perubahan konsentrasi H₂SO₄ mulai terjadi pada sampel 3 hingga 6 yang merupakan produk atau hasil adsorpsi. Pada hasil adsorpsi kolom I terjadi peningkatan konsentrasi H₂SO₄ yang lebih besar dibandingkan pada hasil adsorpsi kolom II. Sedangkan pada perbandingan jenis adsorben didapat bahwa penggunaan zeolit menghasilkan larutan *spent acid* dengan konsentrasi H₂SO₄ yang lebih besar dibandingkan bentonit. Konsentrasi asam sulfat

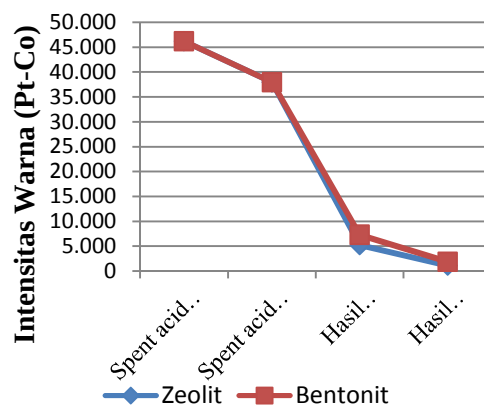
tertinggi mencapai 97,4906%(b/v) yang diperoleh dari hasil adsorpsi kolom II menggunakan zeolit. Peningkatan tersebut sebesar 18,1% terhadap konsentrasi asam sulfat dari bahan baku adsorpsi (sampel 2). Sedangkan penggunaan adsorben jenis bentonit hanya mencapai peningkatan konsentrasi asam sulfat sebesar 15,74% setelah melalui 2 tahap proses adsorpsi.



Gambar 4. Perubahan pH pada Sampel Larutan Spent acid

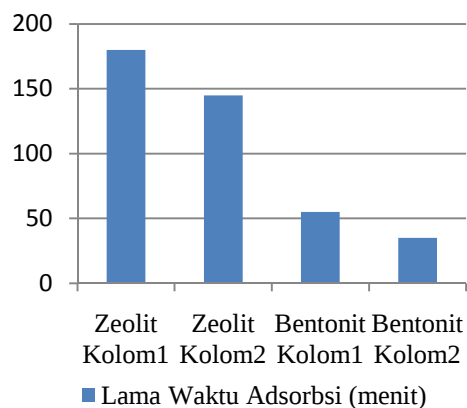
Dari pengukuran pH didapat bahwa sampel 2 memiliki pH paling tinggi yakni 0,37 dan sampel 4 memiliki angka pH paling rendah yakni 0,21. Sampel 2 mengalami kenaikan pH setelah melalui tahap pengenceran dan penyaringan solid ukuran besar dimana sebelumnya memiliki pH 0,34 (sampel 1). Setelah melalui proses adsorpsi, hasil pengukuran pH menunjukkan bahwa sampel mengalami penurunan nilai pH. Hal ini menunjukkan hubungan antara pH dan konsentrasi asam pada sampel dimana semakin rendah nilai pH maka semakin tinggi konsentrasi asam pada sampel.

Analisa warna dilakukan pada 6 sampel untuk mengetahui seberapa besar perbedaan warna yang dihasilkan dari proses adsorpsi. Perbedaan warna menandakan perbedaan jumlah impuritis didalam sampel. Warna yang semakin pekat menunjukkan semakin banyaknya impuritis terkandung pada sampel dan sebaliknya. Analisa warna dilakukan dengan metoda *spectrofotometri* dimana semakin pekat warna sampel maka hasil kepekatan warna akan semakin besar dan sebaliknya.



Gambar 5. Perubahan Intesitas Warna pada Sampel Larutan Spent acid

Dari gambar diatas terlihat bahwa sampel 1 yakni *spent acid* murni memiliki kepekatan warna yang paling tinggi yakni sebesar 46250 Pt-Co, secara kasat mata berwarna hitam pekat. Semakin gelap warna, semakin sulit dan mahal proses pemurnian yang dibutuhkan. Selain itu warna yang gelap juga menandakan kualitas larutan yang rendah. Pada sampel berikutnya kepekatan warna semakin menurun. Proses adsorpsi dengan zeolit menunjukkan perubahan warna yang lebih baik jika dibandingkan dengan penggunaan bentonit. Perubahan warna paling drastis ditunjukkan pada tahap 1 proses adsorpsi dengan zeolit. Proses adsorpsi tahap 2 membantu menghasilkan produk dengan warna yang lebih baik. Warna produk hasil adsorpsi tahap 2 dengan adsorben zeolit memiliki kualitas warna terbaik yakni sebesar 1150 Pt-Co, secara kasat mata berwarna kuning bening. Hal ini mengidentifikasikan bahwa zeolit lebih banyak menyerap pengotor hitam sehingga produk hasil adsorpsi menjadi lebih terang.



Gambar 6. Lamanya Waktu Adsorpsi

Gambar diatas menunjukkan lama waktu adsorpsi yang diperlukan oleh adsorben untuk

memurnikan sampel *spent acid*. Dari gambar dapat dilihat bahwa penggunaan zeolit sebagai adsorben menunjukkan hasil yang buruk jika dibandingkan dengan bentonit karena zeolit memerlukan waktu hingga 180 menit atau sekitar 3 jam sedangkan bentonit hanya memerlukan waktu 55 menit untuk mengadsorpsi sampel *spent acid*. Pada kolom ke-2 adsorben memerlukan waktu yang lebih sedikit untuk mengadsorpsi sampel yakni 145 menit untuk zeolit dan 35 menit untuk bentonit.

Dari indikator konsentrasi asam sulfat, pH, dan perubahan warna didapatkan kesimpulan bahwa zeolit alam menunjukkan kinerja yang lebih baik dalam pengolahan limbah *spent acid* dibanding bentonit rangas. Bentonit rangas sendiri berdasarkan penelitian terdahulu ialah bentonit dengan kinerja yang baik dalam penanganan limbah *spent acid*. Hal ini dimungkinkan karena nisbah Si/Al pada zeolit lebih rendah dibanding bentonit. Karena secara umum, semakin tinggi rasio Si/Al maka semakin rendah kapasitas tukar ion. Selain itu dari perlakuan aktivasi, air meninggalkan struktur mikroporos zeolit yang meliputi 50% volume rongganya sehingga pori-pori kosong pada zeolit cukup bersih dan berdaya adsorpsi yang juga cukup besar (Husaini, 2003). Sedangkan untuk indikator lamanya waktu adsorpsi, zeolit menunjukkan hasil yang kurang baik sehingga kurang ekonomis untuk digunakan dalam proses di industri. Hal ini dikarenakan kelemahan zeolit pada teknik kolom adalah clogging (aliran influen terhambat).

Secara menyeluruh zeolit menjadi pilihan yang lebih baik dalam pengolahan limbah *spent acid*. Terlebih zeolit menghasilkan *yield* yang lebih banyak dengan kualitas yang lebih baik. Hal ini kemungkinan disebabkan karena kristal zeolit yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif atau mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi. Berbeda dengan bentonit yang meskipun memiliki daya serap lebih tinggi terhadap *spent acid* namun kurang selektif. Hal ini terlihat dari *yield* yang sedikit dengan kualitas yang lebih rendah. Daya serap yang tinggi pada bentonit dikarenakan sifat bentonit yang mudah mengembang dan melunak seperti bubur bila terkena air (Ciullo, 1996). Hal ini disebabkan oleh kerapatan ruah (*bulk density*) bentonit yang rendah sehingga daya menyerap airnya tinggi (Gupta, 533).

Pada penelitian ini juga didapat kesimpulan bahwa pengolahan limbah *spent acid* dengan proses adsorpsi 2 tahap menghasilkan produk yang lebih baik dibanding hanya 1 tahap. Hal ini dikarenakan waktu

kontak limbah dan adsorben menjadi lebih lama, penggunaan adsorben yang *fresh* pada tahap ke2 sehingga menjadikan proses adsorpsi menjadi lebih optimal. Namun akan lebih baik jika proses adsorpsi dengan multistap secara seri dilakukan perhitungan jumlah penggunaan adsorben pada tiap kolom sehingga dapat memperoleh produk dengan kemurnian yang diinginkan dan juga perolehan *yield* yang lebih banyak.

4. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan yang dapat ditarik dalam penelitian ini:

1. Perubahan pH, warna, dan konsentrasi H_2SO_4 terjadi pada limbah *spent acid* setelah proses adsorpsi baik dengan menggunakan adsorben zeolit maupun bentonit dan juga terjadi pada hasil adsorpsi tahap 1 maupun tahap 2. Dari hasil penelitian, terbukti proses adsorpsi mampu memurnikan *spent acid* dan *me-recovery* H_2SO_4 karena perubahan pH, warna, dan konsentrasi H_2SO_4 menunjukkan hasil yang baik.
2. Dari indikator perubahan konsentrasi asam sulfat, pH, warna, dan banyaknya *yield*, zeolit menunjukkan kinerja yang lebih baik dalam pengolahan *spent acid* dibanding bentonit. Hasil pengolahan *spent acid* pada proses adsorpsi 2 tahap dengan adsorben zeolit didapat produk dengan spesifikasi sebanyak 110 ml, konsentrasi asam sulfat mencapai 97,4906 % (b/v), pH 0,21, warna 1150Pt-Co, waktu adsorpsi mencapai 325menit. Sedangkan untuk bentonit didapat produk dengan spesifikasi *yield* sebanyak 70ml, konsentrasi asam sulfat 95,5389% (b/v), pH 0,23, warna 1885 Pt-Co, lama waktu adsorpsi hanya 90 menit.
3. Proses adsorpsi dengan 2 tahap menghasilkan produk yang lebih baik dibandingkan hanya 1 tahap. Hal ini terlihat dari spesifikasi produk hasil adsorpsi tahap 2 yang menunjukkan adanya peningkatan kemurnian asam sulfat, pH, serta penurunan kepekatan warna yang menandakan berkurangnya impuritis pada sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Anugrah R, dkk. 2011. *Percontohan pengolahan Zeolit dan bentonit Skala pilot*. Bandung: Puslitbang Teknologi Mineral Dan Batubara – tekMIRA.
- Arita S, dkk. 2014. *Purifikasi Limbah Spent Acid dengan Menggunakan Proses Adsorpsi*. Indralaya : Universitas Sriwijaya.
- Bergaya, et al. 2006. *Handbook of Clay Science*. United Kingdom: Elsevier Ltd, Oxford.

- Fikri, M.Edkk,*Regenerasi Bentonit Bekas Secara Kimia Fisika Dengan Aktivator Asam Klorida Dan Pemanasan Pada Proses Pemucatan Cpo*. Lampung: Universitas Lampung.
- Fisli A, dkk. 2003. *Pembuatan Dan Karakterisasi Katalis Oksida Mangan Dengan Pendukung Bentonit Berpilar Alumina Untuk Oksidasi Gas CO*. Bandung: Badan
- Hilyati dkk. 1991. *Adsorpsi Zat Warna Tekstil Pada Zeolit Alam dari Bayah*. Jurnal Kimia Terapan Indonesia. Vol. 1, No. 2.
- Husaini. 2003. *Peningkatan Nilai Tambah Zeolit Alam dan Hasil Aplikasinya*. Bandung: Badan Litbang Energi dan Sumber Daya Mineral, Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara.
- Jens Kristen Laursen, Haldor Topsøe. 2007. *Details Advances In Sulfur Recovery by the WSA Process*. A/S, Denmark: Hydrocarbon Engineering.
- Las T dkk. 1996. *Pratomo Budiman S, Potensi Zeolit Untuk Pengolahan Limbah Industri*. Padang: Universitas Andalas.
- Muslimin, Ali. 2013. *Bahan Baku, Pengolahan Crude, RU III PERTAMINA*. Indralaya: Universitas Sriwijaya.
- Nugroho, Wahyu dan Setyo Purwoto. 2013. *Removal Klorida, Tds Dan Besi Pada Air Payau Melalui Penukar Ion Dan Filtrasi Campuran Zeolit Aktif Dengan Karbon Aktif Waktu*. Surabaya: Teknik Lingkungan Universitas PGRI Adi Buana.
- Rini, D.K, dkk .2010. *Optimasi Aktivasi Zeolit Alam Untuk Dehumidifikasi*. Semarang: Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.
- Setiyono. 1999. *Sistem Pengelolaan Limbah B-3 Di Indonesia*. Jakarta: Kelompok Teknologi Pengelolaan Air Bersih dan Limbah Cair, Direktorat Teknologi Lingkungan, Deputi Bidang Teknologi Informasi, Energi, Material dan Lingkungan. Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.