

IMPREGNASI LOGAM Cu TERHADAP ZEOLIT ALAM DENGAN METODE ALIRAN KONTINYU SEBAGAI BAHAN ANTISEPTIK

Lenny Marilyn Estiaty¹

¹Puslit Geoteknologi – LIPI, Jln Sangkuriang, Bandung 40135

Phone +62 (22) 2503654, Fax : +62 (22) 2504593

Email : lenny@geotek.lipi.go.id

ABSTRAK

Berbagai jenis komoditi mineral industri, seperti zeolit alam dapat direkayasa menjadi bahan dasar dalam pembuatan produk obat-obatan, khususnya sebagai obat antiseptik. Zeolit dengan sifat struktur kristalnya dapat berfungsi sebagai *antiseptic carrier*, dimana bahan aktif akan disimpan di dalam struktur kristal zeolit dan pada kondisi tertentu akan berfungsi atau keluar dari kerangka struktur induknya. Zat aktif tersebut berupa logam inhibitor, dengan konsentrasi yang sangat rendah mampu bersifat toksik terhadap plasma sel mikroba. Penggunaan zeolit alam sebagai antiseptic carrier dengan logam inhibitor Cu belum dikembangkan. Pada penelitian ini bahan antiseptik tersebut dibuat melalui metode impregnasi, dengan cara aliran kontinyu, yaitu memasukkan senyawa atau unsur logam kedalam struktur kristal tanpa merubah struktur kristal tersebut. Teknik impregnasi dilakukan melalui proses pemurnian dan modifikasi zeolit alam menjadi zeolit-H sehingga mudah disubstitusi oleh logam Cu. Hasilnya adalah semakin banyak logam K, Na, Ca, Mg yang keluar dari zeolit, pembuatan zeolit-H semakin sempurna sehingga penanaman logam Cu menjadi maksimal. Proses pemurnian, modifikasi dan impregnasi tidak merubah bentuk kristal zeolit. dan tidak terjadi degradasi pada puncak-puncak mordenit, sehingga diharapkan sifat alamiah dari zeolit tidak berubah. Sehingga mampu berfungsi sebagai antiseptic carrier.

Kata Kunci : Zeolit, antiseptik, logam inhibitor, aliran kontinyu, impregnasi

ABSTRACT

Kinds of industry mineral, like nature zeolite can be made become starting material in making of drugs product, specially as antiseptic. Zeolite with its characteristic of crystal structure can be functioned as antiseptic carrier, where active materials will be kept in structure of zeolite crystal and at some stage will be functioned or exit from its framework of mains structure. Active substance is metal inhibitor, where by very low concentration have the character of toxic to plasma of microbe cell. The usage of nature zeolite as antiseptic carrier with metal inhibitor Cu is have not yet developed. At this research antiseptic materials is made pass by impregnation method, by continuous stream, that is enter metal Cu into crystal structure without change characteristic of nature zeolite. Impregnation technique is conducted pass by purification and modification process of nature zeolite become zeolite-H this condition causes metal Cu enter into zeolite crystal easily. Zeolite-H making will be perfect if much metals K, Na, Ca and Mg that exchanged, this cause impregnation metal Cu becomes optimal. Purification, modification and impregnation process not change the form of zeolite crystal and concentration mordenit even also not shows existence of degradation. so expected natural characteristic of zeolite not change, and can be functioned as antiseptic carrier.

Key words : Zeolite, antiseptic, metal inhibitor, continous stream, impregnation

PENDAHULUAN

Dewasa ini penggunaan antiseptik dalam rumah tangga dinilai sudah berlebihan, karena selain membunuh bakteri juga membunuh semua mikro organisme yang diperlukan sehingga dapat mengganggu keseimbangan ekosistem (Bowen Li et.al, 2002). Oleh karena itu diperlukan suatu bahan antiseptik yang ramah lingkungan. Dalam konteks ini, bahan antiseptik tersebut didefinisikan sebagai bahan antiseptik yang dapat menekan secara selektif pertumbuhan mikroba perusak atau jamur yang dinilai merugikan. Secara teknis bahan antiseptik tersebut dibuat melalui metode impregnasi, dengan cara aliran kontinyu, yaitu memasukkan senyawa atau unsur logam kedalam struktur kristal tanpa merubah struktur kristal tersebut. Beberapa jenis logam inhibitor yang dapat digunakan dalam Impregnasi, antara lain Ag, Cu, Zn, Hg, Sn, Pb, Bi, Cd, Cr, dan Ti, karena logam-logam tersebut mempunyai spektrum yang luas sebagai anti mikroba (Kristi L. Farrington, 2005). Logam inhibitor yang dimpregnasikan di dalam zeolit, jika dikontakkan ke dalam sistim sel mikroba dapat merusak sistem enzim dan plasma sel, sehingga dapat berfungsi sebagai bahan pencegah secara selektif pertumbuhan mikroba perusak atau jamur yang dinilai merugikan. Kebutuhan bahan baku industri farmasi maupun industri kosmetik di Indonesia hingga kini masih bergantung kepada bahan baku impor, yang berdampak terhadap cadangan devisa negara. Pemanfaatan mineral zeolit alam sebagai bahan antiseptik diharapkan dapat memberikan kontribusi dalam mengurangi ketergantungan bahan baku farmasi impor, oleh karena itu penelitian ke arah tersebut menjadi penting (*urgent*) untuk dilakukan.

Tujuan penelitian disini adalah memperoleh teknologi proses pembuatan material antiseptik berbasis zeolit dengan logam inhibitor Cu.

METODOLOGI

Impregnasi logam Cu dilakukan pada zeolit alam melalui proses pemurnian dan modifikasi . Pemurnian zeolit alam untuk membersihkan dari kotoran seperti silikat, alumunium, titanium dan senyawa besi, senyawa-senyawa tersebut berasal dari pengotor-pengotor oksida yang berada bersama zeolit.dan beberapa logam seperti K^+ , Mg^{2+} dan Ca^{2+} yang berada pada rongga zeolit dan menutupi sebagian rongga pori dan menggantikannya dengan H^+ dalam ruang intramellar, sehingga menjadikan zeolit lebih porous dan permukaannya lebih aktif. Sehingga daya serap dan daya tukar kation akan meningkat. Sedangkan modifikasi dilakukan untuk merubah zeolit alam menjadi zeolit-H, yang sebelumnya diubah menjadi zeolit- NH_4 . hal ini dilakukan untuk mempermudah masuknya logam Cu pada kristal zeolit.

METODA

❖ Preparasi :

Zeolit yang diambil dari alam dibersihkan dari pengotor tanah dan ranting tumbuhan. Kemudian dipecah dan digerus, setelah selesai disaring dengan ukuran butir -8 +16 mesh.

❖ Karakterisasi :

Karakterisasi dilakukan melalui beberapa analisis seperti, analisis kimia , XRD dan SEM dan analisis kapasitas tukar kation (KTK)

❖ Pemurnian :

Zeolit alam ditambahkan larutan asam fluorida 0.1 N, kemudian dikocok selama 10 menit. Setelah selesai zeolit disaring dan dicuci dengan air suling . Setelah dicuci ditambahkan larutan asam klorida 0.3 N, lalu dikocok selama beberapa menit, kemudian disaring dan dicuci sampai bebas asam. Setelah bebas asam dipanaskan pada suhu 300°C selama 2 jam.

❖ **Modifikasi :**

Zeolit yang telah dimurnikan dimasukkan kedalam kolom penukar ion, kemudian dielusi oleh 500 ml larutan amonium acetat dengan konsentrasi bervariasi yaitu 0.4 N dan 1 N untuk merubah zeolit menjadi zeolit-NH₄, kemudian dicuci oleh alkohol teknis 95 % sampai bebas amonium (diuji dengan larutan Nessler). Proses dilanjutkan dengan mengelusi dengan 100 ml larutan HCl 0.3 N, untuk mendapatkan zeolit-H, kemudian dicuci oleh air sampai bebas asam. Setelah itu dikeringkan pada suhu 300°C, selama 2 jam.

❖ **Impregnasi:**

Zeolit-H yang telah dikeringkan dimasukkan kedalam kolom dan dielusi dengan larutan Cu(NO₃)₂.3 H₂O yang telah ditentukan konsentrasinya, kemudian dicuci dengan alkohol teknis 95% hingga filtrat bebas Cu (diuji dengan larutan natrium hidroksida 1 N). Kemudian filtrat dianalisis kimia untuk mengetahui konsentrasi Cu yang tersisa, sehingga diketahui konsentrasi Cu yang terserap dalam zeolit. Zeolit-Cu dianalisis untuk mengetahui komposisi kimia, dianalisis dengan SEM untuk melihat perubahan bentuk dari kristal dan dianalisis dengan XRD untuk mengetahui perubahan komposisi mineral.

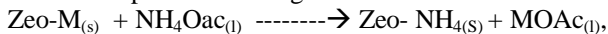
HASIL DAN DISKUSI

Tabel 1. Hasil Analisa Kimia Zeolit Alam, Zeolit Hasil Pemurnian dan Zeolit Hasil Impregnasi

No.	Unsur (%)	Zeolit Raw	Zeolit Hasil Pemurnian 1	Zeolit Hasil Impregnasi Cu (1)	Zeolit Hasil Pemurnian 2	Zeolit Hasil Impregnasi Cu (2)
1.	SiO ₂	68.49	63.90	70.08	68.29	68.52
2.	TiO ₂	0.44	0.3831	0.40	0.42	0.37
3.	Al ₂ O ₃	12.10	10.45	11.98	11.96	12.06
4.	Fe ₂ O ₃	0.78	0.7919	0.88	0.77	0.83
5.	MnO	0.0005	0.0014	0.0003	0.0005	0.0003
6.	MgO	0.10	0.085	0.08	0.11	0.07
7.	CaO	0.12	0.05	0.035	0.11	0.016
8.	K ₂ O	1.24	1.65	0.34	1.54	0.32
9.	Na ₂ O	1.50	1.20	0.048	1.50	0.042
10.	P ₂ O ₅	0.52	0.1219	0.49	0.59	0.52
11.	H ₂ O	1.69	4.0165	1.52	1.56	1.85
12.	H ₂ O ⁺	3.72	2.7446	6.88	3.89	6.84
13.	LOI	14.31	12.14995	15.31	14.89	16.74
14.	Cu	0.003	-	0.33	0.008	0.41

Pemurnian dilakukan duplo dengan perlakuan yang sama. Pemurnian zeolit dengan asam, dalam hal ini HF dan HCl bertujuan untuk melarutkan unsur-unsur pengotor yang ada pada zeolit sehingga permukaan pori-pori zeolit menjadi bersih. Proses pemurnian ini akan melarutkan silikat, aluminium, titanium dan senyawa besi, senyawa-senyawa tersebut berasal dari pengotor-pengotor oksida atau dari mineral lain dalam hal ini albite seperti yang tertera pada gambar 3 dan 4 yang berada bersama zeolit dan beberapa logam seperti Na⁺, K⁺, Mg²⁺ dan Ca²⁺ yang berada pada rongga zeolit dan menutupi sebagian rongga pori dan menggantikannya dengan H⁺ dalam ruang intramellar, sehingga menjadikan zeolit lebih porous dan permukaannya lebih aktif. Pada tabel 1 terlihat hasilnya bahwa pada hasil pemurnian pertama dan kedua terjadi perbedaan penurunan kadar hal ini disebabkan karena pemurnian kedua kurang sempurna. Pengurangan kadar silikat dan aluminium diharapkan bukan dari kerangka zeolit, tetapi dari pengotor (mineral ikutan). Agar hal ini tidak terjadi konsentrasi fluorida perlu diperhatikan agar tidak merusak struktur kristal yang dibentuk oleh senyawa silikat.

Sebelum proses impregnasi dilakukan, situs dari rangka zeolit perlu diubah menjadi situs yang mudah disubstitusi oleh logam yaitu dengan jalan memodifikasi zeolit menjadi zeolit-H (Pearson, R.G., 1963). Proses untuk pembuatan zeolit-H, adalah melalui proses tukar kation pada zeolit hasil pemurnian dengan larutan amonium acetat dengan reaksi :

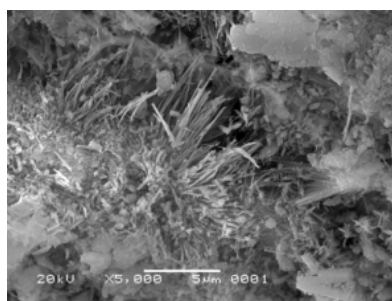


Tukar kation menggunakan larutan amonium acetat 0.4 N dan larutan amonium acetat 1 N. Zeolit-NH₄ yang didapat diproses kembali dengan larutan HCl 0.3 N, sehingga terjadi pertukaran ion NH₄⁺ dengan H⁺ dengan reaksi: $\text{Zeo-NH}_4(i) + \text{HCl}(i) \longrightarrow \text{Zeo-H}(s) + \text{NH}_4\text{Cl}(l)$.

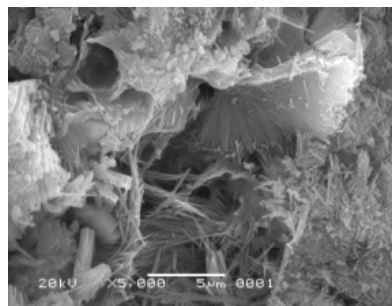
Setelah mendapatkan zeolit-H proses impregnasi dimulai dengan mengelusi zeolit oleh larutan Cu(NO₃)₂. Pada tabel 2 tertera hasil analisa konsentrasi larutan Cu yang dielusikan, konsentrasi larutan Cu sisa dan larutan Cu yang diserap. Proses impregnasi Cu (1) adalah zeolit-Cu yang dibuat dari zeolit-NH₄ yang memakai larutan amonium acetat 0.4 N sedangkan proses impregnasi Cu (2) adalah zeolit-Cu yang dibuat dari zeolit-NH₄ yang memakai larutan amonium acetat 1N. Larutan Cu banyak terserap pada proses impregnasi Cu (2). Hal ini didukung pula dengan data yang tertera pada tabel 1 bahwa logam Cu banyak tertanam pada zeolit hasil impregnasi Cu (2). Ini disebabkan pada proses tukar kation dengan memakai larutan amonium acetat 1N (tabel 1), tertera penurunan kadar Na, K, Ca, Mg terbanyak terjadi pada zeolit hasil impregnasi Cu (2) artinya pada larutan amonium acetat 0.4 N tidak cukup untuk menarik kation Na, K, Ca, Mg yang berada pada rongga zeolit. Pada zeolit hasil impregnasi Cu (2) walaupun penurunan kadar Na, K, Ca, Mg cukup besar tapi penurunan kadar-kadar tersebut belum mencapai 100%, ini berarti zeolit-H tersebut belum sempurna. Walaupun demikian situs dari zeolit sudah berubah ke arah situs asam, hal ini ditandakan dengan adanya ion logam yang tertanam.

Tabel 2. Hasil Analisa Larutan Cu

Proses Impregnasi Cu	Filtrat Awal (ppm)	Filtrat Achir (ppm)	Cu yang terserap (ppm)
Proses Impregnasi Cu (1)	1186.2	732.0	454.2
Proses Impregnasi Cu (2)	1622.9	991.7	631.2

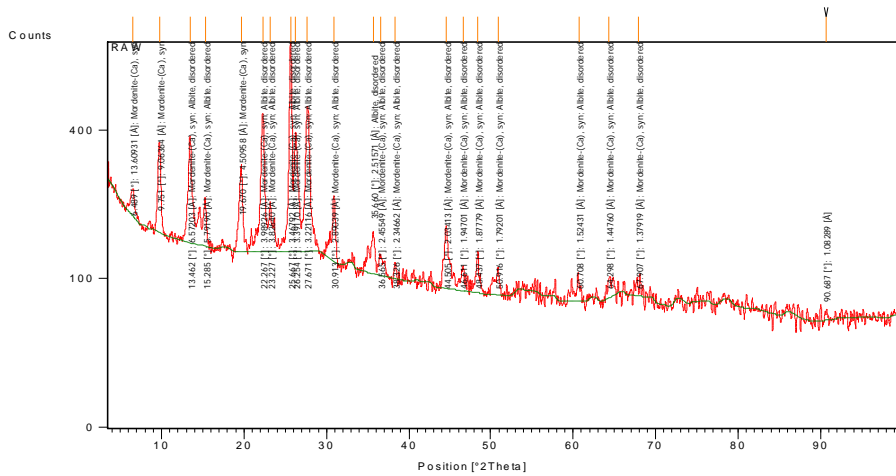


Gambar 1. SEM (5000 X) Zeolit Alam

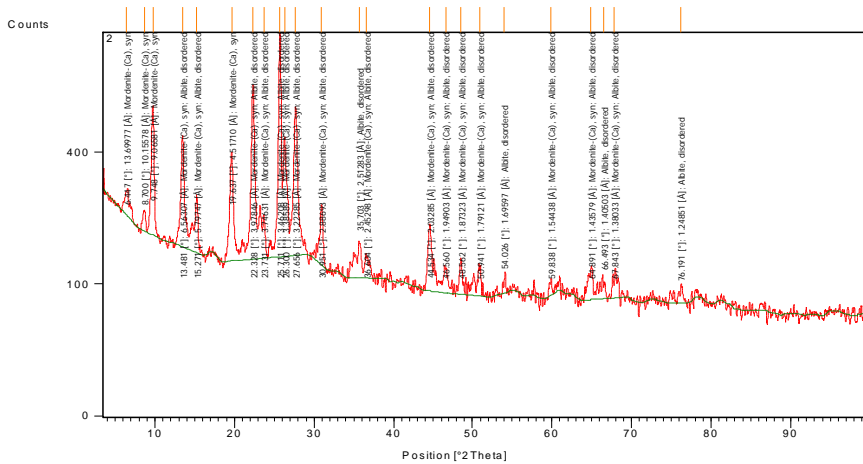


Gambar 2. SEM (5000 X) Zeolit -Cu

Setelah perlakuan impregnasi, perlu dilihat apakah ada kerusakan pada kristal zeolit. Hal ini dapat dilihat dengan SEM yang tertera pada gambar 1 dan 2. Gambar 1, adalah gambar bentuk kristal zeolit alam (sebelum modifikasi), disini terlihat kristal mordenit berbentuk kristal jarum. Gambar 2, adalah gambar zeolit setelah mengalami proses pemurnian, modifikasi dan impregnasi logam Cu. Disini terlihat bentuk kristal jarum dari mordenit. Ini artinya bahwa proses-proses tersebut tidak merubah bentuk kristal zeolit, sehingga diharapkan sifat alamiah dari zeolit tidak berubah.



Gambar 3. Diffraktogram XRD Zeolit Alam



Gambar 4. Diffraktogram XRD Zeolit-Cu

Tabel 3. Hasil Uji Mineralogi Diffraksi Sinar X

No.	Jenis	Mineral Terperi	Kadar (%)
1.	Zeolit alam	Mordenit	57.6
		Albite	42.4
2.	Zeolit-Cu	Mordenit	62.7
		Albite	37.3

Pada gambar 3 dan 4 tertera diffraktogram XRD dari zeolit alam dan zeolit –Cu, disini terlihat tidak terjadi degradasi pada puncak-puncak mordenit, sehingga diharapkan sifat alamiah dari zeolit tidak berubah.

KESIMPULAN

Pemurnian zeolit alam dapat melarutkan silikat, aluminium, titanium dan senyawa besi, senyawa-senyawa tersebut berasal dari pengotor-pengotor oksida yang berada bersama zeolit dan

beberapa logam seperti K^+ , Mg^{2+} dan Ca^{2+} yang berada pada rongga zeolit dan menutupi sebagian rongga pori dan menggantikannya dengan H^+ dalam ruang intramellar, sehingga menjadikan zeolit lebih poros dan permukaannya lebih aktif. Sehingga daya serap dan daya tukar kation akan meningkat.

Modifikasi zeolit alam menjadi zeolit-H dapat dilakukan melalui pemurnian zeolit alam dan dilanjutkan dengan proses tukar kation. Larutan amonium acetat 1 N sebagai larutan penukar kation memberikan hasil yang lebih baik daripada larutan amonium 0.4 N. Proses tukar kation terjadi pada rongga zeolit, sebagai indikator adalah turunnya kation-kation yang berada pada rongga zeolit.

Impregnasi logam Cu terbanyak terjadi pada zeolit-Cu (2). Semakin banyak logam K, Na, Ca, Mg yang keluar, pembuatan zeolit-H semakin sempurna sehingga penanaman logam Cu menjadi maksimal. Proses pemurnian, modifikasi dan impregnasi tidak merubah bentuk kristal zeolit. Dan tidak terjadi degradasi pada puncak-puncak mordenit, sehingga diharapkan sifat alamiah dari zeolit tidak berubah. Sehingga mampu berfungsi sebagai *antiseptic carrier*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Puslit Geoteknologi - LIPI serta Pejabat Pembuat Komitmen tahun anggaran 2008 atas kesempatan yang diberikan dalam penelitian ini. Juga kepada seluruh rekan-rekan yang telah banyak membantu sehingga penelitian ini dapat berlangsung dengan baik dan tepat pada waktunya.

DAFTAR PUSTAKA

- Bowen Li, Shuhui Yu, Jim Y Hwang, Shangzhao Shi (2002) *Antibacterial Vermiculite Nano-Material*, Michigan Technological University, Houghton, 49931, USA, Journal of Minerals and Materials Characterization & Engineering vol.1 No.1 pp.61-68, 2002. Printed in the USA All Rights Reserve
- Kristi L. Farrington, RRT, BCS, CCRC, and Lee E. Morrow, MD (2005) *Antimicrobial Metals (Silver and copper) A Nonantibiotic Approach to Nosocomial Infections*, The Journal for Respiratory, October.
- Pearson, RG. (1963) Hard and Soft Acids dan Bases. J. Am. Soc. 85: 3533-3539