AKTIVASI FISIKA, KIMIA DAN KIMIA FISIKA PADA KAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG

SKRIPSI

Oleh :
Maftuh Hanani
NIM. 13630013

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

AKTIVASI FISIKA, KIMIA DAN KIMIA FISIKA PADA KAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG

SKRIPSI

Oleh:
Maftuh Hanani
NIM. 13630013

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 17 Desember 2019

Pembimbing I	Pembimbing II
A. Ghanaim Fasya, M.Si	**Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc**
NIP. 19820616 200604 1 002	**NIDT. 19851225 20160801 1 069**

Mengetahui,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

AKTIVASI FISIKA, KIMIA DAN KIMIA FISIKA PADA KAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG

SKRIPSI

Oleh:
Maftuh Hanani
NIM. 13630013

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 17 Desember 2019

Penguji Utama	**: Dr. Akyunul Jannah S.Si, M.P** **NIP. 19750410 200501 2 009**	(.....)
Ketua Penguji	**: Vina Nurul Istighfarini, M.Si** **LB. 63025**	(.....)
Sekretaris Penguji	**: A. Ghanaim Fasya, M.Si** **NIP. 19820616 200604 1 002**	(.....)
Anggota Penguji	**: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc** **NIDT. 19851225 20160801 1 069**	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

iii

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	: Maftuh Hanani
NIM	: 13630013
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: "Aktivasi Fisika, Kimia dan Kimia-Fisika pada Kaolin sebagai Adsorben Logam Pb pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang"

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkan sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 24 Desember 2019

Yang membuat pernyataan,

Maftuh Hanani

NIM. 13630013

iv

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"AKTIVASI FISIKA, KIMIA DAN KIMIA FISIKA PADA KAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG".** Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan baik spiritual maupun material.
2. Ibu Susi Nurul Khalifah dan M.Si, Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Seluruh Laboran Jurusan Kimia yang telah membantu dalam proses penelitian.
6. Teman–teman mahasiswa angkatan 2013 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi.
7. Semua pihak yang telah membantu.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini baik dalam teknik penyajian materi maupun pembahasan. Demi kesempurnaan skripsi ini, saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Semoga skripsi ini bermanfaat dan dapat menambah ilmu pengetahuan bagi para pembaca.

Malang, Desember 2019

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **ii**
KATA PENGANTAR ..... **iii**
DAFTAR ISI ..... **v**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **vii**
DAFTAR GAMBAR ..... **viii**
DAFTAR TABEL ..... **ix**
ABSTRAK ..... **x**
ABSTRACT ..... **xi**
الملخص ..... **xii**

BAB I PENDAHULUAN **1**
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 5
1.3 Tujuan Penelitian 6
1.4 Batasan Masalah 6
1.5 Manfaat Penelitian 7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA **8**
2.1 Kaolin sebagai Adsorben 8
2.2 Aktivasi Kaolin 11
2.3 Adsorpsi Logam Pb Menggunakan Kaolin 13
2.4 Karakteristik Logam Pb 16
2.5 Penentuan Logam Berat (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) 18
2.6 Metode Kurva Standar 21

BAB III METODE PENELITIAN **23**
3.1 Pelaksanaan Penelitian 23
3.2 Alat dan Bahan 23
3.2.1 Alat 23
3.2.2 Bahan 23
3.3 Tahapan Penelitian 23
3.4 Cara Kerja 24
3.4.1 Preparasi Sampel Kaolin 24
3.4.2 Aktivasi Kaolin Secara Fisika 24
3.4.3 Aktivasi Kaolin Secara Kimia 25
3.4.4 Aktivitas Kaolin Secara Kimia Fisika 25
3.5 Karakterisasi Kaolin 26
3.5.1 Karakterisasi Kaolin dengan Menggunakan X-Ray Flourescence (XRF) 26

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD).. 26
3.6 Persiapan Sampel Limba Cair Laboratorium 26
3.7 Adsorpsi Logam Timbal (Pb) Pada Limbah Cair Laboratorium dengan Kaolin.....26
3.7.1 Preparasi Limbah Logam Sebelum Analisis Menggunakan AAS.....27
3.8 Pembuatan Kurva Standar Pb 27
3.9 Analisis Data.....28
3.9.1 Analisis Data Hasil Analisa Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Flourescence (XRF).....28
3.9.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) 28
3.10 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Logam Pb...28

BAB IV PEMBAHASAN 29
4.1 Karakteristik Unsur Kaolin Blitar.....29
4.2 Karakteristik Struktur Kaolin 30
4.3 Uji Adsorpsi Logam Pb Oleh Kaolin Tanpa aktivasi, Teraktivasi Fisika, Kimia, dan Kimia Fisika..... 32
4.4 Kajian Prespektif Islam terhadap kapasitas kaolin blitar..... 36

BAB V PENUTUP 38
5.1 Kesimpulan 38
5.2 Saran 39

DAFTAR PUSTAKA 40
LAMPIRAN 44

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian 44
Lampiran 2 Diagram Alir 45
Lampiran 3 Perhitungan 49
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD 50

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kaolin dari daerah Blitar 8
Gambar 2.2 Struktur kaolin 10
Gambar 2.3 Morfologi kaolin 10
Gambar 2.4 Analisa XRD dari kaolin Belitung 11
Gambar 2.5 Ilustrasi Pendesakan Na^+ dengan H^+ 12
Gambar 2.6 Difraktogram difraksi sinar-X kaolin teraktivasi.....13
Gambar 2.7 Kurva standart 21
Gambar 4.1 Difraktogram XRD (a) standart kaolin, (b) standart koarsa, (c) kaolin tanpa aktifasi, (d) kaolin aktivasi fisika, (e) kaolin aktivasi kimia, (f) kaolin aktivasi kimia fisika 30
Gambar 4.2 Persentase penurunan konsentrasi logam Pb oleh kaolin tanpa aktivasi dan kaolin teraktivasi fisika, kimia, serta kimia fisika..... 34
Gambar 4.3 Pertukaran ion (*ion exchange*) pada kaolin 35
Gambar 4.4 Struktur kuarsa 36

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan mineral kaolin dari Belitung	10
Tabel 2.2	Aktifitas adsorpsi logam Fe menggunakan kaolin teraktivasi	16
Tabel 2.3	Hasil analisa adsorpsi limbah logam dengan kaolin menggunakan AAS	20
Tabel 4.1	Hasil karakterisasi kaolin sebelum dan sesudah aktivasi dengan XRF	31
Tabel 4.2	Konsentrasi logam Pb sebelum dan sesudah proses adsorpsi.....	33

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Hanani, Maftuh. 2019. **Aktivasi Fisika, Kimia dan Kimia Fisika pada Kaolin sebagai Adsorben Logam Pb pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.** Pembimbing I: A. Ghanaim Fasya, M.Si. Pembimbing II: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Si.

Kata Kunci: Aktivasi, adsorben, Pb

Kaolin adalah mineral yang terdapat pada batuan sedimen yang dikenal dengan nama batu lempung. Kaolin banyak diaplikasikan di industri seperti kertas, keramik, karet, plastik, cat, fiber gelas, dan kosmetik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh metode aktivasi terhadap kemampuan kaolin sebagai adsorben. Penelitian dilakukan dengan cara pengaktivasian kaolin secara fisika, kimia, dan kimia-fisika. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan kaolin pada suhu 700^{o}C selama 30 menit. Aktivasi kimia dilakukan dengan penambahan HCl 1.2 M pada kaolin disertai pengadukan dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit sedangkan untuk aktivasi kimia-fisika dilakukan penambahan HCl 1.2 M pada kaolin kemudian dilanjutkan pemanasan di dalam furnace pada suhu 700^{o}C. Aktivasi kaolin bertujuan untuk menghasilkan adsorben yang mampu menyerap logam timbal (Pb) secara optimum. Dari penelitian ini, aktivasi yang optimum diperoleh untuk kaolin dalam mengadsorpsi Pb adalah aktivasi kimia-fisika. Adsorben kaolin yang teraktivasi kimia-fisika mempunyai daya adsorpsi yang besar terhadap logam Pb yaitu menghasilkan penurunan kandungan logam timbal (Pb) sebesar 17,42 %.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Hanani, Maftuh. 2019. **Physical, Chemical, and Chemical-Physical activation of Kaolin as Pb adsorbent on waste Chemical Laboratory UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.** Advisor I: A. Ghanaim Fasya, M.Si., Advisor II: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Si., Consultant: Susi Nurul Khalifah, M. Si.

Keyword: Activation, adsorbent, Pb

Kaolin is a mineral found in sedimentary rocks known as clay stone. Kaolin widely applied in industries such as paper, ceramics, rubber, plastics, paint, glassfiber, and cosmetics. This study aimed to determine the effect on the ability of kaolin activation methods as adsorbent. The study was conducted by activation of kaolin in physical, chemical, and chemical-physical activation. Physical activation was done by heating kaolin at 700°C for 30 minutes and for the chemical activation, wos done by addition of 1.2 M HCl in kaolin with stirring speed of 200 rpm for 60 minutes, while the chemical physical activation, the addition of 1.2 M HCl to the kaolin and continued warming in furnace at 700°C. The kaolin activation was to produce an adsorbent that is able to adsorb Pb optimally. From this study, the optimum activation obtained for kaolin in adsorbing Fe is the chemical activation. Chemical activated kaolin adsorbent having a large adsorption capacity of the metal Pb which resulted in decreased content 17.42 %.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

الملخص

حناني ، مفتوح. ٢٠١٩. تفعيل الفيزياء والكيمياء والكيمياء الفيزيائية على الكاولين كمواد Pbممتصة في نفايات المختبرات الكيميائية من جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية في مالانج. المستشار الأول: أحمد غنائم فشا ، ماجستير ، المستشار الثاني: أحمد حنفي ، ماجستير ، ماجستير

الكلمات الرئيسية: التنشيط ، كثف ،Pb

الكاولين هو معدن موجود في الصخور الرسوبية المعروفة باسم حجر الطين. يتم تطبيق الكاولين على نطاق واسع في صناعات مثل الورق والسيراميك والمطاط والبلاستيك والطلاء والألياف الزجاجية ومستحضرات التجميل. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد تأثير طريقة التنشيط على قدرة الكاولين كمواد ماصة. وقد أجريت الدراسة عن طريق تفعيل الكاولين في الفيزياء والكيمياء والفيزياء والكيمياء. يتم التنشيط الفيزيائي عن طريق تسخين الكاولين عند ٧٠٠ درجة مئوية لمدة ٣٠ دقيقة حمض الهيدروكلوريك إلى الكاولين مصحوبًا بالتحريك M ، ويتم التنشيط الكيميائي بإضافة ١ M عند ٢٠٠ دورة في الدقيقة لمدة ٦٠ دقيقة بينما يتم التنشيط الكيميائي الفيزيائي بإضافة ١ حمض الهيدروكلوريك إلى الكاولين ثم يستمر التسخين في الفرن عند درجة حرارة ٧٠٠ درجة مئوية. على النحو الأمثل. من (Pb) تنشيط الكاولين لإنتاج مواد ماصة يمكن أن تمتص أيونات الرصاص هو Pb هذه الدراسة ، يكون التنشيط الأمثل الذي تم الحصول عليه للكاولين في امتصاص التنشيط الكيميائي – الفيزيائي. تمتلك مادة الكاولين المنشطة الكيميائية والفيزيائية قدرة امتصاص .بنسبة ١٧.٤٢٪ (Pb) مما يؤدي إلى انخفاض في محتوى أيون الرصاص Pb كبيرة من أيونات

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kegiatan yang dilakukan di laboratorium akan menghasilkan air buangan yang disebut air limbah laboratorium. Air limbah laboratorium terdiri dari sisa-sisa bahan kimia yang selesai digunakan, air cucian alat gelas maupun sisa-sisa sampel yang diuji. Limbah laboratorium terdiri dari senyawa organik maupun anorganik ada yang bersifat basa maupun asam, iritatif, reaktif dan logam berat yang bersifat racun. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Republik lndonesia Nomor 85 Tahun 1999 tentang pengolahan limbah B3, maka air limbah laboratorium termasuk golongan limbah B3.

Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang setiap tahunnya menghasilkan limbah cair ± 120 Liter. Limbah laboratorium mengandung berbagai unsur yang berbahaya sehingga di butuhkan penanganan lebih lanjut. Selama ini penanganan limbah cair tersebut hanya dipisahkan dalam wadah sesuai jenis limbah yang dihasilkan, kemudian diserahkan ke pihak pengelola limbah.

Sebagian besar unsur-unsur yang berbahaya yang terdapat dalam air limbah laboratorium adalah logam berat (Hartini dan Yuantari, 2011). Salah satu logam berat di laboratorium adalah logam Pb. Tembaga (Pb) merupakan logam transisi golongan IB yang memiliki nomor atom 29 dan berat atom 63,55 g/mol. Kadar Pb yang tinggi dapat memberikan dampak negatif terhadap lingkungan biotik maupun abiotik. Hal ini karena Pb termasuk dalam golongan logam berat.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Logam berat merupakan unsur yang stabil dan tidak mudah rusak, sehingga Pb yang masuk ke perairan akan cenderung terakumulasi dan kandungannya akan meningkat secara terus menerus. Kadar Pb yang terlalu tinggi dapat memberikan dampak negatif bagi hewan dan manusia karena sifatnya yang karsinogenik dan terakumulasi dalam jaringan tubuh (Hardiani, 2009). Allah S.W.T berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar Ruum Ayat 41:

ظَهَرَ ٱلۡفَسَادُ فِي ٱلۡبَرِّ وَٱلۡبَحۡرِ بِمَا كَسَبَتۡ أَيۡدِي ٱلنَّاسِ لِيُذِيقَهُم بَعۡضَ ٱلَّذِي عَمِلُواْ لَعَلَّهُمۡ يَرۡجِعُونَ ٤١

"*Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)". (*Q.S Ar Ruum: 41).

Menurut tafsir Departemen Agama (1993), kerusakan yang terjadi di darat dan di laut merupakan hasil dari perbuatan manusia itu sendiri. Shihab (2003) menafsirkan bahwa terjadinya kebakaran, kekeringan, kerusakan, kerugian perniagaan dan disebabkan oleh kejahatan dan dosa-dosa yang diperbuat manusia. Sama halnya dengan limbah logam cair laboratorium yang dihasilkan oleh laboratorium, apabila tidak dilakukan pengolahan sebelum pembuangan maka akan merusak ekosistem tanah, sungai, sumber air minum (sumur), dan lain-lain. Oleh karena itu perlu adanya pengolahan untuk mengurangi kandungan logam Pb dalam limbah logam berat sebelum dibuang ke lingkungan. Salah satu metode untuk mengurangi kandungan logam berat dalam limbah adalah metode adsorpsi (Adli, 2012).

Adsorpsi merupakan proses dimana zat terlarut yang ada dalam larutan, akan diserap oleh permukaan zat atau benda penyerap. Adsorpsi dalam

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pengolahan limbah cair juga berperan penting untuk menurunkan kadar logam berat. Logam berat dalam limbah cair yang berupa kation dapat diserap dipermukaan adsorben sehingga konsentrasinya dalam larutan akan menurun. Adsorpsi juga dapat menjernikan warna limbah dan menghilangkan bau yang ada karena mampu menyerap gas dan partakel yang terkandung dalam limbah cair (Saragih, 2008).

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 dipermukaanya. Salah satu adsorben yang digunakan dalam pengolahan limbah adalah kaolin (Kesuma,dkk 2013).

Kaolin atau kaolinit termasuk jenis mineral lempung dengan kandungan besi yang rendah, dan umumnya berwarna putih atau agak keputihan (Bakri, 2008). 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). Kaolin banyak digunakan sebagai adsorben, pembuatan aluminium sulfat dan katalis (Landeros, dkk. 2013).

Penelitian yang dilaporkan Murray, H (2006) menunjukkan bahwa kaolin tergolong jenis filosilikat 1:1 karena masing-masing tersusun dari lapisan tetrahedral silika dan oktahedral alumina. Kristalnya terdiri dari lembar-Iembar oktahedral aliuninium yang tertumpuk di atas lembar tetrahedral silika. Susunan lapisan tetrahedral dan oktahedral pada kaolin dihubungkan oleh atom oksigen pada satu sisi dan hidrogen dari gugus hidroksil pada sisi yang lain, sehingga

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

menghasilkan tumpukan dengan 8 ikatan hidrogen yang kuat. Menurut Utari, T (1994) kaolin umumnya didominasi oleh SiO_2 sekitar 50% dimana berupa padatan amorf dan berpori serta mempunyai sifat inert, netral, luas permukaannya besar sehingga memiliki sifat daya adsorpsi yang besar. Selain itu di dalam kaolin juga didominasi oleh Al_2O_3 sekitar 36% dimana alumina dapat mengadsorpsi kation maupun anion dengan urutan adsorpsi kation oleh alumina sebagai berikut: $Fe^{3+} > Hg^{2+} > Pb^{2+} > Cu^{2+} > Zn^{2+} > Ni^{2+} > Fe^{2+} > Mn^{2+}$.

Di Indonesia keberadaan kaolin sangat melimpah dibeberapa daerah seperti Bangka, Lampung, Jawa Barat, Jawa Timur, Kalimantan, Sulawesi dan masih banyak daerah yang mempunyai kelimpahan kaolin. Kabupaten blitar mempunyai kekayaan alam yang melimpah dan salah satunya adalah kekayaan mineral berupa kaolin. Penelitian baru-baru ini melaporkan bahwa kaolin dapat digunakan sebagai adsorben (Sesarrita, dkk. 2015).

Anggriawan, dkk (2015) telah melaporkan bahwa kaolin dapat digunakan sebagai adsorben logam Fe dan Mn. Efisiensi penurunan kadar logam dalam limbah yang di analisa didapat sebesar 85,67% untuk logam Fe dan 77,55% untuk logam Mn. Hal tersebut didukung dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Zacaroni, dkk (2015) yang melaporkan bahwa kaolin berhasil mengadsorpsi logam Cu sebesar 68,7%.

Peningkatan kemampuan kaolin sebagai adsorben harus diaktivasi terlebih dahulu (Yulia, dkk. 2015; Kesuma, dkk. 2013; Zacaroni, dkk. 2015). Yulia, dkk (2015) melakukan aktivasi kimia fisika terhadap lempung alam riau sebelum digunakan sebagai adsorben. Hasil penelitian yang dilaporkan menyatakan bahwa lempung yang teraktivasi kimia fisika mampu mengardsorpsi logam Fe (III)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sebanyak 96,95%. Penelitian lain yang dilakukan oleh Sari, dkk (2016), membandingkan aktivasi secara fisika, kimia, dan kimia fisika terhadap kaolin yang digunakan sebagai adsorben logam Fe pada air sumur. Hasil penelitian yang dilaporkan menyatakan bahwa kaolin teraktivasi kimia mempunyai kemampuan adsorpsi paling besar yaitu 97,2% dibandingkan kaolin yang teraktivasi fisika yaitu 81,6% dan kimia fisika yaitu 57,14%.

Aktivasi kimia terhadap kaolin biasanya dilakukan menggunakan larutan asam (Putra, dkk. 2016; dan Sari, dkk. 2016). Hal ini dikarenakan apabila kaolin diaktivasi menggunakan basa seperti NaOH akan merusak struktur kaolin (Alkan,dkk.2005). Menurut penelitian yang dilakukan oleh Sari,dkk (2016) yang melaporkan bahwa aktivasi kaolin menggunakan asam korida (HCl) mempunyai aktivitas adsorpsi lebih baik yaitu sebesar 97,2% terhadap logam Fe. Kaolin yang teraktivasi (H_2SO_4) yang dilaporkan oleh Putra, dkk (2016) yang mampu mengadsorpsi logam Fe sebesar 54,2%.

Berdasarkan kajian di tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan kajian kemampuan adsorpsi kaolin dari daerah Blitar. Lempung yang diperoleh dilakukan aktivasi secara fisika yaitu dengan mengkalsinasi kaolin pada suhu 700^{o}C, aktivasi kimia dengan menggunakan HCl dengan konsentrasi HCl 1,2 M, serta kimia-fisika dengan mengkalsinasi kaolin pada suhu 700^{o}C kemudian direaksikan dengan HCl 1,2 M. Hasil aktivasi kemudian diaplikasikan sebagai adsorben logam Pb pada limbah laboratorium. Penentuan kadar logam Pb dalam limbah sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan AAS.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang sudah dipaparkan, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakter kaolin yang telah teraktivasi fisika, kimia, dan kimia fisika?
2. Berapakah kadar logam Pb pada limbah laboratorium sebelum dan sesudah diadsorpsi menggunakan kaolin yang telah teraktivasi fisika, kimia, dan kimia fisika?

1.3 Tujuan

Tujuan yang harus dicapai pada penelitian ini adalah :

1. Mengetahui karakter kaolin yang telah teraktivasi fisika, kimia dan kimia fisika.
2. Mengetahui kadar logam Pb pada limbah laboratorium sebelum dan sesudah diadsorbsi kaolin yang telah teraktivasi fisika, kimia, dan kimia fisika.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kaolin yang digunakan berasal dari daerah Kecamatan Blitar Selatan.
2. Kaolin diaktivasi fisika dengan kalsinasi suhu 700 ^{o}C
3. Kaolin diaktivasi kimia menggunakan pelarut HCl 1,2 M
4. Kaolin diaktivasi kimia fisika dengan kalsinasi suhu 700 ^{o}C dan menggunakan pelarut HCl 1,2 M

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Karakterisasi kaolin sebelum dan sesudah aktivasi menggunakan XRF dan XRD.
6. Karakterisasi penentuan konsentrasi logam Pb menggunakan AAS.
7. Limbah logam diperoleh dari laboratorium jurusan kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

1.5 Manfaat

Adapun manfaat penelitian yang dilakukan adalah:

1. Mengetahui pengaruh jenis aktivasi terhadap kemampuan adsorpsi kaolin.
2. Mengetahui metode penyerapan limbah logam pada laboratorium Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin sebagai Adsorben

Kaolin adalah bahan tambang alam yang merupakan jenis tanah lempung (*clay*) dimana mineral penyusun utamanya adalah kaolinit. Tanah lempung jenis ini berwarna putih atau putih keabu-abuan. Di alam kaolin berasal dari dekomposisi feldspar. Sebagai bahan tambang kaolin bercampur dengan oksida-oksida lainnya seperti kalsium oksida, magnesium oksida, kalium oksida, dan lain-lain (Ismail, dkk. 2013).

Gambar 2.1 Kaolin dari daerah Blitar selatan.

Kaolin atau kaolinit termasuk jenis mineral lempung dengan rumus kimia $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ dan memiliki struktur lapisan 1:1 dengan unit dasar terdiri dari lembaran tetrahedral silika dan lembaran oktahedral alumina (Murray, 2000). Hasil analisis kandungan mineral kaolin terdiri atas komponen utama silika (SiO_2) 48,70% dan alumina (Al_2O_3) 36,73%, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil (Alkan, dkk. 2005).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

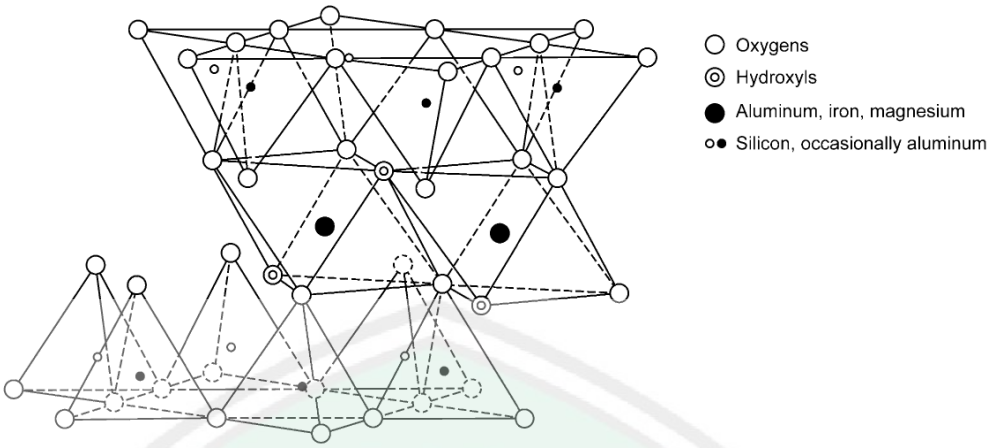
قُلِ انْظُرُوا مَاذَا فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ ۚ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ

Katakanlah: "Perhatikanlah apa yaag ada di langit dan di bumi. tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan Rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman".

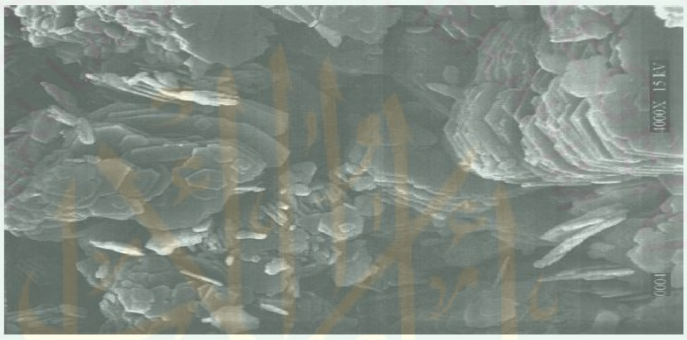
Surat Yunus ayat 101 dijelaskan dalam tafsir Al-Misbah tentang manusia dianjurkan untuk memperhatikan alam sekitar (langit, dan bumi). Umat manusia didorong untuk mengembangkan ilmu pengetahuan melalui kontemplasi, eksperimentasi dan pengamatan. Ayat ini juga mengajak untuk menggali pengetahuan yang berhubungan dengan alam raya beserta isinya. Sebab, alam raya yang diciptakan untuk kepentingan manusia ini, hanya dapat dieksplorasi melalui pengamatan indrawi. Salah satu ciptaan Allah SWT yang ada di muka bumi yaitu gunung. Gunung memiliki warna yang beraneka ragam yang menunjukkan adanya material yang terkandung di dalamnya. Salah satu warna yang terdapat di pegunungan yautu warna putih yang menunjukkan adanya kaolin.

Menurut Yavuz, dkk (2003) menyatakan bahwa kaolin dapat digunakan sebagai adsorben. Hal ini dikarenakan struktur kaolin yang berbentuk lapisan-lapian menyebabkan kaolin dapat menyerap berbagai materi diantara lapisan-lapisan struktur kaolin seperti logam berat, zat warna, gas, dan masih banyak lagi. Selain itu, menurut Utari, T (1994) kaolin juga berupa padatan amorf dan berpori serta mempunyai sifat inert, netral, luas permukaannya besar sehingga memiliki sifat daya adsorpsi yang besar. Adapun struktur dan morfologi (SEM) kaolin disajikan pada Gambar 2.2 dan Gambar 2.3.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.2 Struktur Kaolin (Murray, H. 2006)



Gambar 2.3 Morfologi Kaolin (SEM) (Murray, H. 2006)

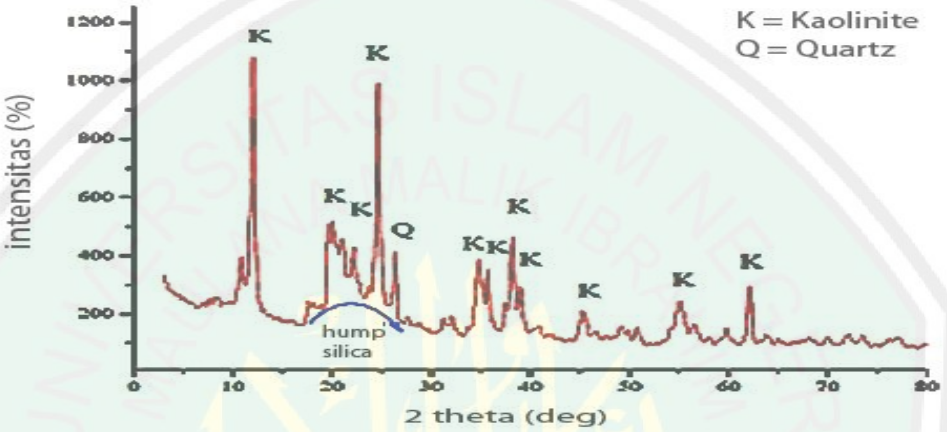
Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin dari Belitung (Setiadi, dkk. 2016)

No	Komponen	Persentase (b/b)
1	Si	42,30
2	Al	24,00
3	Fe	13,50
4	K	5,24
5	Ca	6,17
6	Ti	2,77
7	V	0,10
8	Cr	0,18
9	Mn	0,19
10	Ni	3,53

Pola difraksi dari kaolin Belitung ditunjukkan oleh Gambar 2.4. Analisis XRD dari bahan kaolin menunjukkan kaolin tersusun dari kaolinite sebagai bahan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

utama dengan peak-peak tertinggi pada 2 θ = 12.048°; 24.634°; dan 38,177° serta quartz dalam jumlah kecil yang ditunjukkan pada 2 θ = 26,369° (Septawendar, dkk. 2013). Hump yang terbentuk pada kisaran 2 θ = 15 - 30° mengindikasikan adanya kandungan silika amorf dalam kaolin (Feng, dkk. 2009).



Gambar 2.4 Analisis XRD dari kaolin Belitung (Septawendar, dkk. 2013).

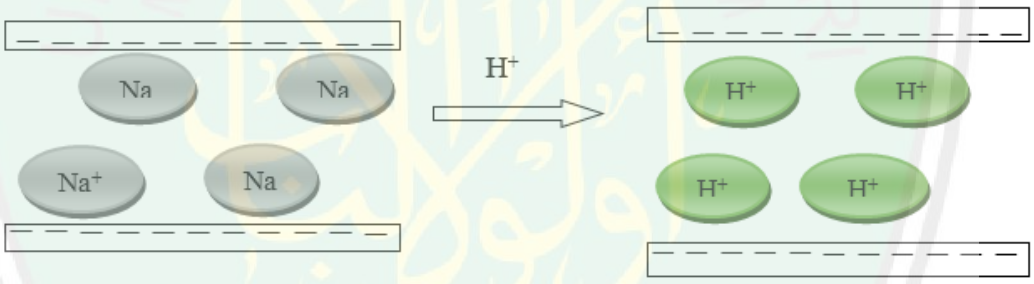
2.2 Aktivasi Kaolin

Lempung dapat ditingkatkan kemampuannya sebagai adsorben malalui proses aktivasi dan modifikasi. Aktivasi merupakan proses meningkatkan kapasitas adsorpsi agar diperoleh sifat yang diinginkan sesuai dengan penggunaannya. Tujuan aktivasi lempung adalah untuk menghilangkan senyawa-senyawa pengotor dan juga menghasilkan luas permukaan yang lebih luas serta memiliki keasaman yang besar (Suarya, 2008).

Proses aktivasi lempung dapat dikelompokkan ke dalam dua cara, yaitu aktivasi kimia dan aktivasi fisika. Aktivasi kimia bertujuan untuk membersihkan dan memperluas permukaan pori, membuang senyawa pengotor (Suarya, 2008). Prinsip aktivasi kimia yaitu penambahan pereaksi tertentu pada lempung sehingga

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

didapatkan pori-pori yang bersih (aktif) (Sahara, 2011), pereaksi yang dapat digunakan diantaranya H_2SO_4, HCl, HNO_3. Asam sulfat merupakan asam yang memiliki bilangan ekivalen H^+ lebih tinggi dibanding dengan asam klorida dan asam nitrat, sehingga pada penelitian ini akan menggunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 M. Hasil penelitian Suarya, (2008) menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi lempung teraktivasi asam sulfat 1,2 M mampu mengadsorpsi pengotor minyak daun cengkeh paling banyak 284,4 mg/g daripada tanpa aktivasi yaitu 212,6 mg/g Selain itu, ion H^+ dapat mendesak ion Na^+ keluar dari daerah *interlayer* dan juga dapat menghilangkan pengotor-pengotor yang masih tersisa pada lempung.

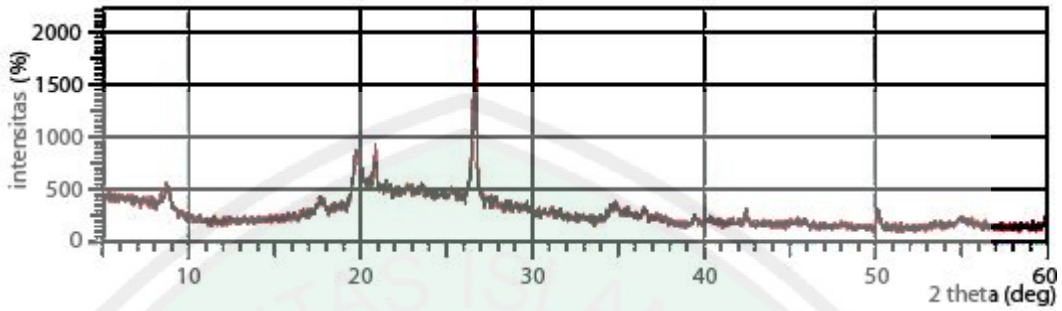


Gambar 2.5 Ilustrasi Pendesakan Na^+ dengan H^+ (Panda, 2012)

Aktivasi fisika bertujuan untuk menguapkan air yang berada dalam pori-pori kristal lempung sehingga jumlah pori-pori dan luas permukaan spesifiknya bertambah dengan cara pemanasan (Sahara, 2011). Akar, dkk., (2009) telah mengaktivasi lempung dengan pemanasan dan didapatkan hasil bahwa kapasitas adsorpsi Cr(V) pada pemanasan 100 ◦C lebih tinggi (4,20 mg/g) dibanding lempung tanpa diaktivasi pemanasan (3,61 mg/g). Hasil penelitian Yuliani (2010) menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi *methyl violet* menggunakan ampo jenis montmorillonit terpilar Fe_2O_3 mengalami kenaikan pada suhu 300-400 ^oC yaitu

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

98,2635 dan 117,1008 mg/g. Oleh sebab itu, pada penelitian ini akan menggunakan variasi suhu 200, 300, dan 400 ◦C.



Gambar 2.6 Difraktogram difraksi sinar-X kaolin teraktivasi (Yuliana, 2010)

2.3 Adsorpsi Logam Pb Menggunakan Kaolin

Menurut Webber (1972), adsorpsi adalah suatu proses dimana suatu komponen bergerak dari fasa menuju permukaan suatu fasa yang lain, terutama fasa kedua adalah zat padat. Atkins (1999) menyatakan bahwa adsorpsi merupakan suatu proses penyerapan oleh padatan tertentu terhadap zat tertentu yang terjadi pada permukaan zat padat karena adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan zat padat tanpa meresap ke dalam. Menurut Muhammad Said, dkk., (2008) dalam keadaan normal ruang hampa dalam kristal zeolit terisi oleh molekul air bebas yang berada di sekitar kation. Bila mineral zeolit dipanaskan pada suhu 300 °C hingga 400 °C maka air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan. Selain mampu menyerap gas atau cairan, zeolit juga mampu memisahkan molekul dan kepolarannya, meskipun ada 2 molekul atau lebih yang dapat melintas tetapi hanya sebuah saja yang dapat lolos. Hal ini dikarenakan faktor selektivitas dari mineral zeolit tersebut yang tidak ditemukan pada adsorbent padat lainnya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Adsorpsi dapat terjadi pada antar fasa padat-cair, padat-gas, atau gas-cair. Molekul yang terikat pada bagian antar muka disebut adsorbat, sedangkan permukaan yang menjerap molekul-molekul adsorbat disebut adsorben. Pada adsorpsi interaksi antara adsorben dengan adsorbat hanya terjadi pada permukaan adsorben. Adsorpsi adalah gejala pada permukaan, sehingga makin besar luas permukaan, maka makin banyak zat yang teradsorpsi. Walaupun demikian, adsorpsi masih bergantung pada sifat zat pengadsorpsi (Fatmawati, 2006).

Banyak suatu adsorbat yang terserap pada permukaan adsorben dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya (Gaol, 2001):

1. Jenis adsorbat dapat ditinjau dari
    a. Ukuran molekul adsorbat, rongga tempat terjadinya adsorpsi dapat dicapai melalui ukuran yang sesuai, sehingga molekul-molekul yang bisa diadsorpsi adalah molekul-molekul yang berdiameter sama atau lebih kecil dari diameter pori adsorben.
    b. Polaritas molekul adsorbat, apabila diameter sama, molekul-molekul polar lebih kuat diadsorpsi daripada molekul-molekul yang kurang polar, sehingga molekul-molekul yang lebih polar bisa menggantikan molekul-molekul yang kurang polar yang telah diserap.
2. Sifat adsorben, dapat ditinjau dari
    a. Kemurnian adsorben, adsorben yang lebih murni memiliki daya serap yang lebih baik
    b. Luas permukaan, semakin luas permukaan adsorben maka jumlah adsorbat yang terserap akan semakin banyak pula.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

c. Temperatur, adsorpsi merupakan proses eksotermis sehingga jumlah adsorbat akan bertambah dengan berkurangnya temperatur adsorbat. Adsorpsi fisika yang substansial biasa terjadi pada temperatur di bawah titik didih adsorbat, terutama di bawah 50 °C. Sebaliknya pada adsorpsi kimia, jumla yang diadsorpsi berkurang dengan naiknya temperatur adsorbat.

d. Tekanan, untuk adsorpsi fisika, kenaikan tekanan adsorbat mengakibatkan kenaikan jumlah zat yang diadsorpsi.

Penelitan yang dilakukan Sari, dkk. (2016) diantaranya aktivasi fisika, aktivasi kima dan aktivasi kimia-fisika, pada perlakuan aktivasi fisika disebut juga aktivasi termal. Pemanasan diatas temperatur 500 ^{o}C sampai 700 ^{o}C menyebabkan proses pengeluaran molekul-molekul air dari rangka kristal (*framework*), dimana dua gugus –OH yang berdekatan melepaskan satu molekul air. Pemanasan lebih lanjut terhadap montmorillonit menghasilkan perubahan yang sama dengan kaolinit, dimana bisa terbentuk kristoballit, mullit dan glass (Susana, 2006). Penelitian yang dilakukan Sari, dkk (2016) pada perlakuan aktivasi fisika, kaolin dipanaskan pada suhu 700^{o}C yang bertujuan untuk menguapkan kandungan-kandungan air yang terdapat pada kaolin, sehingga pori-pori kaolin untuk menyerap besi bertambah luas. Hal ini terjadi karena pada proses pemanasan ditemukan adanya perubahan struktur padatan yang akan mengubah sifat kimia maupun sifat fisiknya pula. Peristiwa dehidroksilasi (pelepasan air) dari kaolin seperti persamaan berikut ini:

$$Al_2O_3.2SiO_2.2H_2O \rightarrow Al_2O_3.2SiO_2 + H_2O \ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Kaolin memiliki struktur rangka, mengandung ruang kosong yang ditempati oleh kation dan molekul air yang bebas sehingga memungkinkan pertukaran ion dan penyerapan senyawa kimia. Karena adanya penguapan kandungan air pada saat aktivasi fisika maka ruang yang ditempati oleh molekul air yang bebas tersebut menjadi kosong sehingga saat adsorpsi sangat memungkinkan terjadinya penyerapan ion besi (Fe). Hal ini terbukti dengan berubahnya nilai Fe yang terkandung dalam air sumur Garuda yang semula memiliki kadar Fe sebesar 1,47 mg/L turun menjadi 0,27 mg/L sehingga diperoleh besarnya penurunan kadar Fe sebesar 81,67%.

Penelitian terbaru yang dilaporkan Sari, dkk (2016) menunjukkan adanya aktivitas adsorbsi logam Fe menggunakan kaolin yang telah diaktivasi secara fisika, kimia, dan kimia-fisika. Adapun laporan penelitian Sari, dkk (2016) disajikan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Aktivitas adsorbsi logam Fe menggunakan kaolin teraktivasi (Sari, dkk. 2016).

Aktivitas Adsorbsi Logam Fe Kaolin Teraktivasi		
Fisika	Kimia	Kimia-Fisika
81,67%	97,28%	57,14%

2.4 Karakteristik Logam Pb

Timbal merupakan unsur kimia dengan nama latin plumbum dengan symbol pada sistim periodik yaitu Pb. Timbal mempunyai berat atom 207,02, densitas 11,34 g/cm^3, titik leleh 327,46 ^{o}C, dan titik didih 1749 ^{o}C. Timbal banyak terdapat di alam dengan membentuk persenyawaan. Terdapat tiga persenyawaan timbal yang paling banyak ditemukan di alam, yaitu galena (PbS), anglesite ($PbSO_4$), dan cerrusite ($PbCO_3$). Selain dalam ketiga persenyawaan tersebut,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

timbal juga terdapat dalam persenyawaan lain dengan jumlah sedikit seperti timbal organik (Tetraetil timbal). Menurut *World Health Organization* (WHO), semua persenyawaan timbal bersifat racun (WHO, 2010).

Toksisitas timbal dapat bersifat kronis dan akut, sangat bergantung pada berbagai faktor. Toksisitas akut tergantung pada dosis tinggi dalam waktu pendek, waktu pemaparan pendek tapi masif, dan organ absorpsi atau *portal of entry* memungkinkan masuk ke peredaran darah dengan cepat. Toksisitas kronis tergantung pada dosis yang tidak tinggi tetapi akumulasi yang menahun, gejala tidak mendadak dan organ dapat seluruhnya terkena (Soemirat, 2005).

Pencemaran oleh logam Pb pada limbah laboratorium kimia uin maulana malik ibrahim malang bersumber dari bahan-bahan yang mengandung logam Pb yang digunakan baik dalam praktikum maupun penelitian mahasiswa. Berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh Darmawan, dkk (2017) limbah laboratorium kimia uin maulana malik ibrahim malang mengandung logam Pb sebesar 17,87 ppm. Berdarkan PP No. 82 Tahun 2001 standar baku mutu yang telah ditetapkan untuk logam Pb yaitu 0,03 mg/L, sehingga kandungan logam pada limbah laboratorium kimia uin maulana malik ibrahim malang telah melampaui nilai yang telah ditetapkan dan perlu untuk di olah terlebih dahulu agar kadar logam Pb menurun dan dapat langsung di buang ke lingkungan apabila kadarnya tidak lebih dari 0,03 mg/L.

Logam timbal (Pb) adalah bahan kimia yang bersifat persisten, bioakumulatif dan toksik yang tinggi serta tidak mampu terurai kedalam lingkungan, sulit diuraikan dan akhirnya terakumulasi di dalam tubuh manusia melalui rantai makanan (Wardhana, 1995). Menurut Kohar, dkk (2005), kadar

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

timbal (Pb) dalam tubuh akan berbahaya bila melebihi 0.2 ppm. Menurut Sudarmaji, dkk (2006), paparan logam timbal (Pb) pada tubuh manusia dapat mengakibatkan gangguan terhadap kesehatan. Menurut laporannya logam timbal (Pb) menyebabkan gangguan pada sistem syaraf, fungsi ginjal, sistem reproduksi, dan sistem hemopoitik.

2.5 Penentuan Logam Berat (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi serapan atom (SAA) adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berbeda pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ketingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi. Atom bebas akan berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia, dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan adsorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas (Basset, 1994).

Analisis SSA pada umumnya digunakan untuk analisis unsur, teknik SSA menjadi alat yang canggih dalam analisis ini disebabkan karena sebelum pengukuran tidak selalu memerlukan pemisahan unsur yang ditentukan karena kemungkinan penentuan suatu logam unsur dengan kehadiran unsur lain dapat dilakukan, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia. SSA dapat digunakan untuk mengukur logam sebanyak 61 logam. Atom dari suatu unsur dari keadaan dasar akan dikenai radiasi maka atom tersebut akan menyerap energi dan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mengakibatkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi cahaya terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut (Basset, 1994).

Cara kerja SSA ini adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengapsorbsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Chatode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditemukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Darmono, 1995).

Sampel yang dianalisis dengan menggunakan menggunakan AAS harus dalam diubah terlebih dahulu menjadi atom-atom bebas. Ada tiga jenis atomisasi dalam analisis suatu senyawa menggunakan AAS, yaitu atomisasi dengan nyala, atomisasi tanpa nyala, dan atomisasi dengan pembentukan senyawa hidrida (Hendaya, 2011). Dalman, dkk (2006), dan (Tuzen, 2005), melakukan atomisasi terhadap logam timbal (Pb) yang dianalisis menggunakan AAS. Gas pembakar yang digunakan adalah campuran udara dan asetilen dengan temperatur pembakaran 2000 ^{o}C. Temperatur pembakaran yang digunakan harus melebihi titik didih logam timbal (Pb) yaitu 1749 ^{o}C. Hal tersebut dilakukan agar atomisasi berlangsung secara maksimal.

Selain itu, sampel yang akan dianalisis dengan menggunakan AAS harus didestruksi terlebih dahulu menggunakan pendestruksi berupa asam-asam kuat. Destruksi sampel merupakan suatu proses pemutusan ikatan unsur logam dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

komponen lain dalam matriks sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebasnya (Murtini, dkk. 2005).

Suprianto dan Lelifajri (2009), melakukan destruksi terhadap sampel ikan untuk mengetahui kandungan logam timbal (Pb) dan cadmium (Cd) yang terkandung dalam sampel ikan. Proses destruksi dilakukan menggunakan metode distruksi basah terbuka dengan menambahkan 1.5 mL asam nitrat terhadap 2 gram sampel ikan. Kemudia filtrate dipanaskan sampai larutan berubah warna menjadi bening atau kuning bening (tergantung warna awal dari sampel), kemudian disaring dan dianalisis dengan menggunkan AAS. Selain itu Wasito (2008), juga menggunkan metode destruksi basah terbuka untuk mengetahui kandungan logam berat dalam limbah percetakan menggunakan AAS. Hasil analisa kaolin dalam mengadsorp limbah logam dapat di lihat pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Hasil Analisa adsorpsi limbah logam dengan kaolin menggunakan AAS.

Logam	Sebelum diadsorp (ppm)	Adsorben kaolin (ppm)
Cu	22,76	18,27
Fe	49,32	22,89
Pb	17,87	13,85

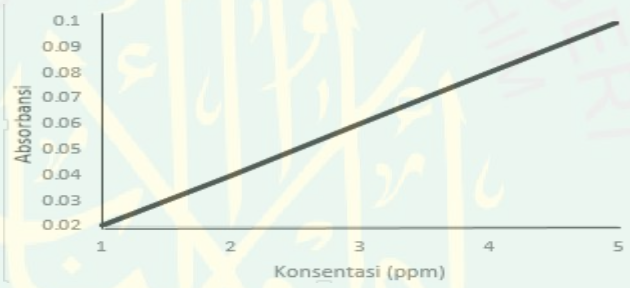
Sumber: (Darmawan, 2017).

Kadar Cu, Fe, dan Pb mengalami penurunan setelah dadsorpsi menggunakan kaolin. Penurunan konsentrasi logam berat dalam limbah paling signifikan terlihat pada konsentrasi logam besi Fe. Setelah di adsorpsi dengan kaolin mengalami penurunan kadar logam Fe mencapai 55,62 % (Darmawan, 2017).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.6 Metode Kurva Standar

Konsentrasi sampel yang dianalisis secara spektrometri biasanya ditentukan dengan meggunakan metode kurva standar. Dalam metode kurva standar ini, dibuat seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut diukur dengan SSA. Selanjutnya membuat grafik antara konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = ε. B atau slope = a.b, absorbansi larutan sampel diukur dan diinterpolasi kedalam persamaan regresi linear pada kurva standar (Alfian, 2007; dan Suprianto dan Lelifajri, 2009).



Gambar 2.7 Kurva Standar

Wasito (2008), dan Suprianto dan Lelifajri (2009), menggunakan metode kurva kalibrasi untuk menentukan kadar logam berat dalam ikan, kerang, dan limbah percetakan. Dari hasil kurva kalibrasi didapat persamaan linier berupa y = ax + b (persamaan umum). Kemudian kadar logam berat ditentukan dengna menginterpolasikan serapan cuplikan dari sampel ke dalam persamaan linier yang telah didapat sehingga didapat konsentrasi regresi ($C_{regresi}$). Kadar sebenarnya logam berat dalam cuplikan ditentukan dengan rumus sebagai berikut (Wasito, 2008; dan Suprianto dan Lelifajri, 2009):

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Kadar sebenarnya = $C_{regresi}$ *x* P

Keterangan :

$C_{regresi}$ = konsentrasi regresi

P = faktor pengenceran

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November – Mei 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, dan Laboratorium Pusat Universitas Negeri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, *magnetic strirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven, botol akuades, pH universal, seperangkat alat penyaring vakum, *X-Ray Diffraction* (Phillip tipe X'Pert MPD), X-*Ray Flourocence (Panalytical, Type : Minipal 4)*, Spektroskopi Serapan Atom SSA (AA240 Varian).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah Kaolin, limbah logam cair laboratorium Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, akuades, HCl 1,2 M dan Asam Nitrat (HNO_3) 0,5 M.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi sampel
2. Karakterisasi kaolin menggunakan XRF dan XRD

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Aktivasi kimia, fisika, dan kimia fisika

4. Karakterisasi Kaolin hasil aktivasi menggunakan XRF dan XRD

5. Adsorpsi logam Pb pada limbah logam dengan kaolin

6. Penentuan Kadar logam timbal (Pb) pada limbah logam sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan AAS.

7.Analisis data.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Sampel Kaolin

Sampel kaolin diambil 200 gr dan dicuci dengan akuades 250 mL untuk menghilangkan tanah yang menutupi permukaan kaolin. Kemudian kaolin dipanaskan dalam oven dengan suhu 120 ^{o}C selama 3 jam sampai kering, selanjutnya dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh (Ismail, dkk. 2013). Sampel kemudian dicuci menggunakan asam klorida (HCl) 1,2 M dengan perbandingan kaolin/HCl 1:4 (b/v) dan diaduk menggunakan strirrer selama 1 jam. Setelah itu sampel dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH filtrat 7 dan dikeringkan pada temperatur 120 ^{o}C selama 3 jam. kemudian kaolin dianalisa menggunakan XRD dan XRF.

3.4.2 Aktivasi Kaolin Secara Fisika

Sampel kaolin hasil preparasi diambil 50 gram dan dikalsinasi pada suhu 700^{o}C selama 30 menit (Sari, dkk. 2016). Hasil aktivasi fisika kemudian dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan kristalinitas dari kaolin, serta dianalisa menggunakan XRF untuk mengetahui jumlah dan jenis unsur yang terkandung dalam kaolin.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.4.3 Aktivasi Kaolin Secara Kimia

Kaolin yang telah dipreparasi kemudian ditimbang sebanyak 50 gr dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Kaolin tersebut kemudian ditambahkan 100 mL HCl dengan konsentrasi 1,2 M (Suarya, 2008) sambil diaduk selama 1 jam dengan menggunakan pengaduk magnet (Sari, dkk., 2009). Campuran selanjutnya disaring dan dicuci dengan air panas 60-70 ^{o}C kemudian ditambahkan $AgNO_3$ tetes pertetes sampai terbebas dari ion klorida yang ditandai dengan tidak terbentuknya endapan putih AgCl (Suarya, 2008). Kemudian dianalisa menggunakan XRD dan XRF.

3.4.4 Aktivasi Secara Kimia Fisika

Untuk aktivasi secara kimia-fisika pun diperlakukan sama halnya seperti kaolin dengan aktivasi fisika dan aktivasi secara kimia. Kaolin yang telah dipreparasi kemudian ditimbang sebanyak 50 gram. Setelah itu kaolin dimasukkan ke dalam gelas beker 250 mL dan ditambahkan dengan larutan HCl 1,2 M (Suarya, 2008) sebanyak 100 mL. Dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit (Sari, dkk. 2016). Selanjutnya kaolin tersebut dipisahkan dari larutan HCl dengan cara disaring menggunakan kertas saring, kaolin yang tersisa pada kertas saring dicuci dengan aquadest. Kaolin yang telah diaktivasi secara kimia dikalsinasi pada suhu 700^{o}C selama 30 menit (Sari, dkk. 2016). Kaolin dari furnace dikeluarkan dan didinginkan sampai pada suhu kamar. selanjutnya dianalisa menggunakan XRD dan XRF.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5 Karakterisasi Kaolin

3.5.1 Karakterisasi Kaolin dengan Menggunakan X-*Ray Flourescence* (XRF)

Karakterisasi kaolin dengan menggunakan X-*Ray Flourescence* (XRF) bertujuan untuk mengetahui unsur yang terkandung didalam kaolin. Sebanyak 5 mg kaolin ditempatkan dalam sampel holder dan disinari dengan sinar-X.

3.5.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel kaolin. Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu Kα sebesar 1,541 Å dengan sudut 2θ sebesar 5 – 60^o dan kecepatan scan 0,02^o / detik.

3.6 Persiapan Sampel Limbah Cair Laboratorium

Diambil limbah logam berat cair dari laboratorium sebanyak 2 L dimasukkan dalam beaker gelas, kemudian dihomogenkan. Limbah logam diendapkan selama 24 jam. Selanjutnya dipisahkan antara endapan dan filtrat dengan cara disaring. Filtrat hasil penyaringan dianalisis dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*) untuk mengetahui konsentrasi mula-mula kadar timbal (Pb) pada limbah logam laboratorium. Sampel yang akan dianalisis didestruksi terlebih dahulu.

3.7 Adsorpsi Logam Timbal (Pb) Pada Limbah Cair Laboratorium dengan Kaolin

Sebanyak 50 mL limbah logam cair laboratorium yang telah dipreparasi ditambahkan kaolin yang telah teraktivasi fisika, kimia dan kimia fisika dengan perbandingan adsorben: limbah logam (b/v) yaitu 1:25. Kemudian dishaker pada

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kecepatan 250 rpm dengan waktu kontak selama 90 menit (Ismail, dkk. 2013). Percobaan dilakukan dengan 3 kali ulangan untuk masing-masing dosis adsorben. Setelah itu disaring dan filtrat yang dihasilkan diukur kadar logamnya dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*). Sampel yang akan dianalisis didestruksi terlebih dahulu menggunakan HNO_3 0,5 M.

3.7.1 Preparasi Limbah Logam sebelum Analisis Menggunakan AAS

Diambil limbah logam yang telah dipreparasi sebanyak 5 mL dan dimasukkan dalam beaker gelas 50 mL, kemudian ditambahkan 10 mL HNO_3 p.a. Selanjutnya, larutan sampel dipanaskan pada temperatur 60-70 ^oC selama 3 jam hingga larutan berubah warna menjadi bening atau kuning jernih (Supriyanto dan Lelifajri, 2009). Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring whatman 42 dan ditepatkan 10 mL menggunakan HNO_3 0,5 M dalam labu ukur 10 mL (Wasito, 2008).

3.8 Pembuatan Kurva Standar Pb

Dipipet 10 mL larutan induk timbal 1000 mg/L dari larutan timbal nitrat ($Pb(NO_3)_x$) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda batas dan dihomogenkan (Alfian, 2007). Kurva standar logam timbal (Pb) dibuat mengukur Larutan standar logam Timbal (Pb) 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 4,0 mg/L; dan 5,0 mg/L dengan menggunakan AAS. Larutan standar dibuat dengan cara memindahkan 10 mL; 20 mL; 40 mL; dan 50 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.9 Analisis Data

3.9.1 Analisis Data Hasil Analisa Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-*Ray Flourescence* (XRF)

Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF yang diperoleh menunjukkan unsur yang terkandung dalam kaolin. Tinggi puncak pada hasil analisis menunjukkan banyaknya unsur tertentu yang terkandung di dalam kaolin. Data hasil analisis menggunakan XRF akan disajikan dalam bentuk tabel sehingga persentase kadar Si dan Al lebih jelas. Selanjutnya dari data persentase Si dan Al dihitung rasio molar Si/Al.

3.9.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRD yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Selanjutnya pola puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui kemurnian struktur kaolin. Hasil difraktogram juga menunjukkan kristalinitas atau fasa yang dimiliki kaolin.

3.10 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Logam Pb

Sederetan larutan standar tembaga (Pb) dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut : alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) varian *spectra* AA 240 meliputi panjang gelombang pada 324,8 nm laju alir asetilen pada 2,5 L/menit, laju alir udara pada 13,5 L/menit, lebar celah pada 0,5 mm, kuat arus HCl 5,0 µA, dan tinggi burner

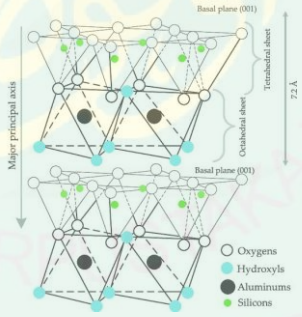
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Kaolin Blitar

Kaolin alam mengandung komponen utama berupa silikon (Si) dan alumunium (Al). Kaolin yang berasal dari alam banyak mengandung pengotor berupa mineral lain dan logam-logam oksida sebagaimana disajikan pada (Gambar 4.1), sehingga kaolin alam harus dicuci terlebih dahulu dengan akuades dan asam klorida (HCl) 1.2 M untuk menghilangkan pengotor berupa logam. Pencucian dengan asam klorida (HCl) 1.2 M menggunakan perbandingan kaolin/HCl 1:4 (b/v). Larutan HCl konsentrasi 1.2 M digunakan untuk menghindari larutnya alumunium ke dalam asam. Adapun reaksi antara HCl dan pengotor logam dalam kaolin disajikan pada persamaan 4.1; 4.2; dan 4.3 (Pramtomo, dkk. 2013).



Gambar 4.1 Struktur kaolin murni (karam,2017)

$K_2O_{(s)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow 2K^+_{(aq)} + 2Cl^-_{(aq)} + H_2O_{(l)}$ 4.1

$CaO_{(s)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow Ca^{2+}_{(aq)} + 2Cl^-_{(aq)} + H_2O_{(l)}$ 4.2

$Fe_2O_{3(s)} + 6HCl_{(aq)} \rightarrow 2Fe^{3+}_{(aq)} + 2Cl^{3}_{+(aq)} + 3H_2O_{(l)}$ 4.3

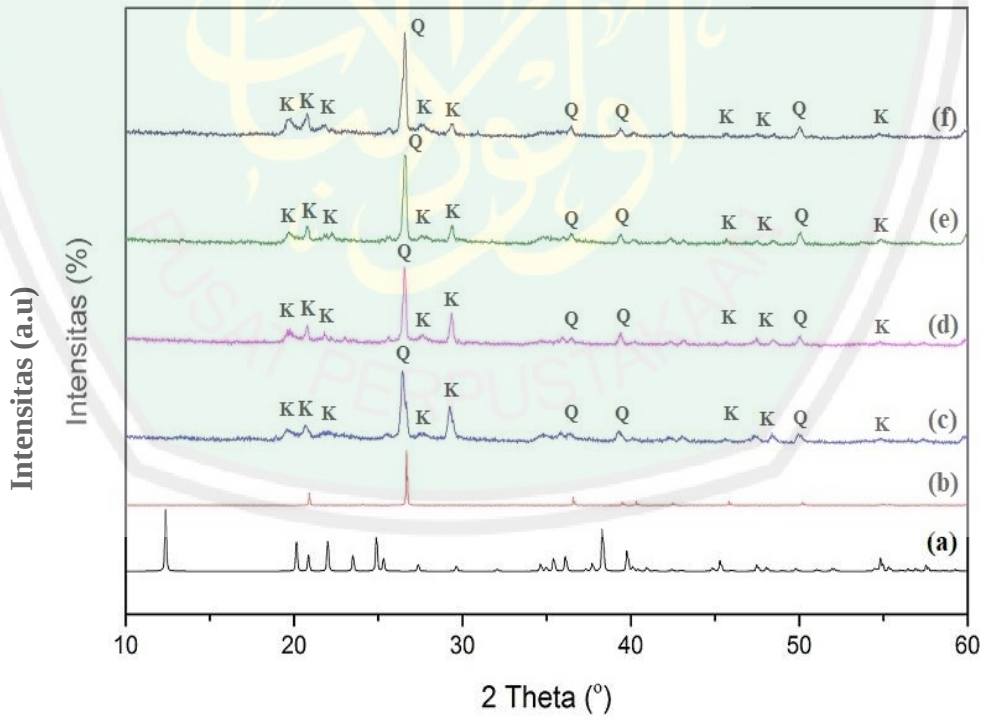
Sisa anion Cl^- pada kaolin dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades. Keberadaan anion Cl^- pada kaolin dapat diketahui dengan cara

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

menambahkan larutan perak nitrat ($AgNO_3$) pada filtrat hasil pencucian dengan terbentuknya endapan putih AgCl. Anion klorida dicuci hingga pH 7 (netral) agar anion klorida sisa proses pencucian tidak mengganggu proses aktivasi kaolin secara fisika, kimia, maupun kimia fisika (Suarya, 2008).

4.2 Karakteristik Struktur Kaolin

Berdasarkan difraktogram Gambar 4.1 menunjukkan bahwa keseluruhan sampel memiliki puncak kaolin dan kuarsa. Adapun puncak spesifik kaolin muncul pada difraktogram di daerah 2θ = 19,68°; 20,86°; 22,00°; 27,50°; 29,64°; 45,64°; 48,37°; dan 54,84° (ICSD 80082). kemudian puncak spesifik kuarsa muncul pada difraktogram di daerah 2θ = 26,70°; 37,15°; 39,50°; dan 50,31° (ICSD 89276) dengan intensitas yang berbeda pada masing-masing sampel.



Gambar 4.1 Difraktogram XRD (a) standar kaolin (ICSD 80082); (b) standar kuarsa (ICSD 89276); (c) kaolin tanpa aktivasi; (d) kaolin aktivasi fisika; (e) kaolin aktivasi kimia; (f) kaolin aktivasi kimia fisika; **Q** (Kuarsa) dan **K** (Kaolin).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada Gambar (c), kaolin alam dari Blitar mengandung pengotor kuarsa yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa kaolin blitar termasuk mineral yang *low grade*. Karakterisasi kaolin tanpa aktivasi dan teraktivasi fisika, kimia, serta kimia fisika dengan XRD menunjukkan bahwa struktur tidak berubah akibat adanya aktivasi. Selanjutnya diperkuat hasil analisanya menggunakan XRF untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam sampel tersebut. Hasil karakterisasi XRF berupa spektra yang kemudian dikalkulasi internal oleh instrumen dan disajikan dalam bentuk persentase masing-masing unsur. Adapun hasil karakterisasi dengan XRF ditampilkan persentase pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi XRF sampel Kaolin sebelum dan sesudah aktivasi.

Unsur	**Kaolin Tanpa Aktivasi Konsentrasi (%)**	**Kaolin Aktivasi Fisika Konsentrasi (%)**	**Kaolin Aktivasi Kimia Konsentrasi (%)**	**Kaolin Aktivasi Kimia Fisika Konsentrasi (%)**
Al	6,9	6,8	7,6	8,2
Si	39,2	39,8	47,0	48,9
K	3,71	3,68	4,30	4,30
Ca	31,1	31,1	17,9	18,2
Ti	1,29	1,2	1,39	1,29
V	0,06	0,03	0,06	0,04
Cr	0,063	0,057	0,07	0,069
Mn	1,97	1,91	2,34	2,00
Fe	14,4	13,8	17,7	15,4
Cu	0,11	0,094	0,14	0,11
Zn	0,03	0,007	0,08	0,04
Sr	0,76	0,71	0,80	0,64
Eu	0,2	0,2	0,03	0,4
Re	0,2	0,2	0,2	0,2
Ni	-	0,02	-	-
Ba	-	0,2	0,1	0,1
Yb	-	0,1	-	-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa terdapat perubahan persentase komponen utama kaolin yaitu silikon (Si) dan aluminium (Al) yang berbeda sebelum dan sesudah aktivasi. Sebelum aktivasi persentase silikon dan alumunium adalah 6,9% dan 39,2%. Hasil karakterisasi menggunakan XRF menunjukkan bahwa kaolin alam dari Blitar mengandung banyak pengotor seperti Ca dan Fe. Aktivasi secara fisika dengan cara pemanasan kurang efektif untuk menghilangkan pengotor dan tidak merubah kandungan logam didalam kaolin. Persentase pengotor berkurang setelah sampel kaolin diaktivasi secara kimia dan kimia fisika. Aktivasi kimia dan aktivasi kimia fisika menggunakan HCl 1,2 M mampu melarutkan logam alkali tanah pada sampel kaolin, namun tidak dapat melarutkan logam transisi. Hal ini memperkuat dugaan adanya degradasi struktur kaolin menjadi kuarsa sebagai yang telah diketahui pada tinjauan pustaka.

4.3 Uji Adsorpsi Logam Pb oleh Kaolin Tanpa aktivasi, Teraktivasi Fisika, Kimia, dan Kimia Fisika.

Limbah logam Pb yang akan diadsorpsi terlebih dahulu ditentukan kadarnya dengan instrumen AAS, kemudian setelah dilakukan adsorpsi kadar limbah logam Pb dianalisa kembali dengan AAS, sehingga dapat diketahui banyaknya logam Pb yang teradsorp oleh adsorben. Sampel limbah logam cair yang digunakan untuk proses penentuan kapasitas adsorpsi logam Pb menggunakan limbah logam laboratorium yang belum dipresipitasi.

Hasil adsorpsi limbah laboratorium secara kualitatif terlihat perubahan warna cokelat menjadi kuning jernih. Filtrat hasil adsorpsi kemudian didestruksi menggunakan asam nitrat (HNO_3) selama 3 jam dalam refluks untuk mengubah persenyawaan logam Pb menjadi senyawa yang lebih sederhana sehingga dapat

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dianalisa dengan AAS. Adapun hasil adsorpsi limbah cair laboratorium yang mengandung logam Pb yang dianalisa dengan AAS disajikan pada Tabel 4.2 :

Tabel 4.2 Konsentrasi logam Pb sebelum dan sesudah proses adsorpsi.

Logam	Adsorben				
	Sebelum diadsorp (ppm)	Kaolin Tanpa Aktivasi (ppm)	Kaolin Teraktivasi Fisika (ppm)	Kaolin Teraktivasi Kimia (ppm)	Kaolin Teraktivasi Kimia Fisika (ppm)
Ulangan 1	4,00	3,80	3,84	3,78	3,39
Ulangan 2	3,96	3,72	4,06	3,51	3,27
Ulangan 3	3,85	3,57	3,51	3,39	3,47
Rata-Rata	3,94	3,70	3,80	3,56	3,38
% penurunan		6,09	3,55	9,64	14,21

Berdasarkan data analisa kadar logam Pb pada Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa kadar logam Pb pada limbah cair laboratorium mengalami penurunan konsentrasi secara bertahap. Analisa kadar logam Pb dilakukan dengan 3 kali pengulangan (triplo) agar data yang didapatkan valid dan presisi. Kemudian berdasarkan data analisa kadar logam Pb tersebut dilakukan perhitungan Lampiran 3 untuk mengetahui persentase penurunan konsentrasi limbah logam Pb.

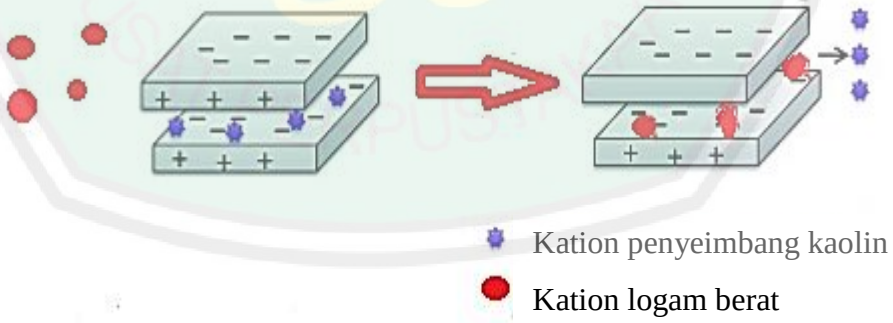
Berdasarkan data analisa kadar logam Pb pada limbah cair laboratorium mengalami penurunan setelah diadsorpsi menggunakan kaolin. Penurunan konsentrasi logam Pb dalam limbah paling tinggi terlihat pada kaolin yang teraktivasi dengan metode kimia fisika. Setelah diadsorp menggunakan kaolin teraktivasi kimia fisika mengalami penurunan kadar logam timbal (Pb) mencapai 3,38 ppm atau % penurunan kadar Pb sebesar 14,21 %. Hal ini sesuai dengan hasil XRF bahwa kandungan logam pengotor terutama alkali tanah mengalami penurunan yang lebih tinggi dibandingkan aktivasi lainnya. Berdasarkan hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

adsorpsi didapatkan bahwa kaolin yang mengandung lebih banyak Si dan Al mempunyai kemampuan adsorpsi paling bagus.

Pada adsorpsi logam Pb menggunakan kaolin teraktivasi fisika kadar penurunan konsentrasi logam Pb didalam limbah mengalami fluktuasi dimana pada percobaan ke dua kadar logam Pb bertambah. Hal ini dikarenakan kondisi limbah yang kurang terkondisikan dan *human error* sehingga mengakibatkan hasil pengukuran kadar Pb kurang bagus.

Adsorpsi limbah logam dengan menggunakan kaolin berhasil menurunkan kadar logam Pb. Kaolin mampu mengadsorp kation dikarenakan muatan negatif dari oktahedaral aluminat dan kereaktifan tetrahedral silikat yang tersusun secara berlapis. Muatan negatif tersebut meyebabkan kaolin mampu menyerap kation-kation berupa logam. Kation-kation akan tertarik menuju interlayer diantara lapisan tetrahedral silikat dan oktahedral aluminat (Sudjianto, 2012).



Gambar 4.3 Pertukaran ion (*ion exchange*) pada kaolin

Muatan negatif dalam kaolin dinetralkan oleh kation-kation yang mudah larut dalam air seperti Na^{+}, K^{+}, Mg^{2+}, dan Ca^{2+} yang terperangkap di interlayer

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kaolin. Pada saat adsorpsi proses yang terjadi adalah pertukaran kation antara kation penyeimbang muatan kaolin dan kation logam yang terdapat dalam limbah. Kation-kation dalam interlayer kaolin akan terlarut dalam air dan akan digantikan oleh kation yang berasal dari limbah (Sudjianto, 2012).

Adsorpsi limbah logam oleh kuarsa juga berperan penting sebagaimana penelitian yang dilaporkan Sari, dkk. (2014) bahwa pasir kuarsa memiliki kemampuan menurunkan kandungan besi pada air tanah sebesar 66,84%. Struktur kuarsa memiliki gugus silanol (Si-OH) dimana gugus hidroksilnya (OH) dapat dengan mudah mengalami pertukaran ion dengan limbah logam. Adapun struktur kuarsa dengan gugus silanol adalah seperti Gambar 4.4 :

Gambar 4.4 Struktur kuarsa. (Sumber : Aasly, 2008)

Berdasarkan Tabel 4.2 kadar logam Pb pada limbah cair laboratorium mengalami penurunan setelah diadsorp menggunakan kaolin. Penurunan konsentrasi logam Pb dalam limbah paling signifikan terlihat pada kaolin yang teraktivasi dengan metode kimia fisika. Setelah diadsorp menggunakan kaolin teraktivasi kimia fisika mengalami penurunan kadar logam timbal (Pb) mencapai

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

17,42 %. Hal ini menunjukkan bahwa kaolin yang memiliki kandungan unsur silikon (Si) dan Aluminium (Al) tertinggi memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi dengan penurunan konsentrasi sebesar 17,42% baik unsur Si dan Al dalam bentuk kaolin maupun kuarsa.

4.4 Kajian Perspektif Islam terhadap kapasitas kaolin blitar

Al-Qur'an adalah kalam Allah SWT yang sekaligus kitab bagi umat islam yang digunakan sebagai salah satu sumber utama dalam pedoman hidup. Sebagai pedoman hidup, Al-Qur'an dianggap sebagai inti sari segala ilmu pengetahuan yang berisikan petunjuk, dasar hukum, politik, ekonomi, norma, serta dasar agama dan lain sebagainya. Salah satu kalam Allah yang dapat dijadikan sebagai petunjuk adalah surat al- Baqarah ayat 164.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالأَرْضِ وَاخْتِلاَفِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَالْفُلْكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ بِمَا يَنفَعُ النَّاسَ وَمَا أَنزَلَ اللّهُ مِنَ السَّمَاء مِن مَّاء فَأَحْيَا بِهِ الأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَثَّ فِيهَا مِن كُلِّ دَآبَّةٍ وَتَصْرِيفِ الرِّيَاحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَخَّرِ بَيْنَ السَّمَاء وَالأَرْضِ لآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَعْقِلُونَ ﴿١٦٤﴾

"*Sesunggunya dalam penciptaan langit dan bumi, silih bergantinya malam dan siang, bahtera yang berlayar di laut membawa apa yang berguna bagi manusia, dan apa yang Allah turunkan dari langit berupa air lalu dengan air itu Dia hidupkan bumi sesudah mati (kering)-nya dan Dia sebarkan di bumi itu segala jenis hewan, dan pengisaran angin dan awan yang dikendalikan antara langit dan bumi: sungguh (terdapat) tanda-tanda (keesaan dan kebesaran Allah) bagi kaum yang memikirkan*".

Tafsir Jalalain menjelaskan ayat ini tentang bukti dari kekuasaan Allah SWT bagi orang yang berpikir, dimana orang-orang tersebut senantiasa merenungkan tentang penciptaan langit dan bumi untuk mendapatkan bukti atas

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kekuasaan penciptaanNya. Orang-orang tersebut menyadari bahwa segala ciptaanNya bukanlah perkara yang sia-sia, melainkan sebagai bukti atas kesempurnaan kekuasaan Allah SWT. Salah satu upaya pengalaman ayat tersebut, dapat dilakukan melalui pengoptimalan kaolin alam dengan aktivasi.

Perlakuan aktivasi dan adsorpsi logam Pb kaolin alam dilakukan sebagai upaya pengoptimalan kinerja kaolin alam agar lebih efisien dalam penggunaanya. Dengan adanya aktivasi diharapkan dapat mengurangi sejumlah pengotor yang ada pada kaolin alam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Berdasarkan karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa kaolin yang teraktivasi fisika, kimia dan kimia-fisika memiliki puncak kaolin dan kuarsa. Sedangkan karakterisasi menggunakan XRF menunjukkan bahwa kaolin alam dari blitar mengandung banyak pengotor seperti Ca dan Fe. Persentase pengotor berkurang setelah sampel kaolin diaktivasi secara kimia dan kimia fisika. Hal ini memperkuat dugaan adanya degradasi struktur kaolin menjadi kuarsa.
2. Berdasarkan hasil analisis menggunakan SSA Kadar logam Pb menunjukkan penurunan konsentrasi logam Pb dalam limbah paling signifikan terlihat pada kaolin yang teraktivasi dengan metode kimia fisika yang mengalami penurunan kadar logam timbal (Pb) mencapai 14,21 %.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan lebih lanjut mengenai kemampuan adsorpsi kaolin dengan memvariasikan suhu konsentrasi.
2. Untuk penelitian selanjutnya diharapkan lebih teliti dan memperbaiki kesalahan – kesalahan selama penelitian sebelumnya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Adli, Hadyan. 2012. Pengolahan Limbah Cair Laboratorium dengan Metode Presipitasi dan Adsorpsi untuk penurunan Kadar Logam Berat. Skripsi Depok: Fakultas MIPA Universitas Indonesia.

Akar, S.T., Yetimoglu, Y., dan Gedikbey, T. 2009. Removal of Chromium (VI) Ions from Aqueous Solutions by Using Turkish Montmorillonite Clay: Effect of Activation and Modification. *Science Direct pp 97-108.* Turkey*:* Eskisehir Osmangazi University.

Alfian, Zul. 2007. Pengaruh pH and Penambahan Asam Terhadap Penentuan Kadar Unsur Krom dengan Menggunakan Metode Spektrofotometer Serapan Atom. *Journal of Chemical Science*. Vol. 11 No. 1 pp. 37-44.

Alkan, M., Hopa, C., Yilmas, Z., and Guler H. 2005. The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on The Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA from Natural Kaolinite. *Elsevier. Microporous and Macroporous Materials.* Vol 86. pp. 176-184.

Anggriawan, A., Saputra, E., Olivia, M. 2015. Penyisihan Kadar Logam Fe dan Mn Pada Air Gambut dengan Pemanfaatan Geopolimer Dari Kaolin Sebagai Adsorben. *Fakultas Teknik Riau.*Vol 2, No. 1. Riau: Universitas Riau.

Atkins, P. W., 1999, *Kimia Fisika*, (diterjemahkan oleh: Kartahadiprojob Irma I), edisi ke-2, Erlangga, Jakarta.

Bakri, 2008. Komponen kimia dan Fisika Abu Sekam Padi Sebagai SCM untuk Pembuatan Komposit Semen, *Jurnal Perennial*, 5(1);9-14.

Basset, J., Denney, R. C., Jeffrey, G. H., Mendhom, J. 1994. *Buku Ajar Vogel, Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, Kedokteran EGC, Jakarta

Dalman, O., Demirak, A., and Balci, A. 2006. Determination of Heavy Metals (Cd, Pb) and Trace Elements (Cu, Zn) in Sediments and Fish Southeastern Aegean Sea (Turkey) by Atomic Absorption Spectrometry. *Food Chemistry*. Vol. 95 pp. 157-162.

Darmawan. R. 2017, Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin Sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Logam Limbah Laboratorium. *Skripsi S-1*. Jurusan Kimia UIN Malang. Malang.

Darmono, 1995. *Logam dalam Sistem Biologi*, Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press), Jakarta

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Ekosse, G. E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry X-ray Powder Diffractometry as Complementry Technique in Characterizing Clay Size Fraction of Kaolin. *Jouurnak Appl Sci Envi Mgt. Vol9. Pp 43-448.*

Fatmawati. 2006. *Kajian Adsorpi Cd (II) oleh Biomassa Potamogeton (Rumputnaga) yang Terimobilkan pada Silika Gel*, FMIPA Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru.

Feng, W., Bachant, J., Collingwood, D., Raghuraman, M. K., and Brewer, B. J. 2009. Centromere Replication Timing Determines Different Forms of Genomic Instability in Saccharomyces Cerevisiae Checkpoint Mutants During Replication Stress. *Genetica Society of America*.

Gaol, L. D. L. 2001. Studi Awal Pemanfaatan Beberapa Jenis Karbon Aktif sebagai Adsorben. Seminar. Depok: FTUI.

Hardiani, H., Kardiansyah, T., dan Sugesty, S. 2009. Bioremediasi Logam Timbal (Pb) dalam Tanah Terkontaminasi Limbah *Sludge* Industri Kertas Proses *Deinking*. *Jurnal Selulosa*. Vol. 1, No. 1 Hal: 31-41.

Hartini, E., dan Yuantari, MG. C. 2011. Pengolahan Air Limbah Laboratorium dengan Menggunakan Koagulan Alum Sulfat dan Poly Alum Chloride di Laboratorium Kesehatan Universitas Dian Nuswantoro Semarang. *Jurnal Dian*. Vol. 11, No. 2.

Hendaya, Sumar. 2001. *Kimia Analitik Instrumen* edisi kesatu. (Semarang: 2001)

Ismail, M. A., Eltayeb, M. A., and Abdel, Mage M.A. 2013. Elimination of Heavy Metals from Aqueous Solution Using Zeolite LTA Synthesis from Suandese Clay. *Joulnal of Chemical Sciences. International Science Congrass Association.* Vol 5. pp 93-98.

Kesuma, R. F., Sitorus, B., Adhithiyawarman. 2013. Karakteristik Pori Adsorben Berbahan Baku Kaolin Capkala dan Zeolit Dealuminasi. *ISSN 2303-1077 Hal 19-23*. Universitas Tanjungpura Pontianak.

Khopkar, S.M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik, UI Press, Jakarta, Hal. 274-277.

Kohar, I., Hardjo, P., and Lina, I. 2005. Studi Kandungan Logam Pb dalam Tanaman Kangkung Umur 3 and 6 Minggu yang Ditanam di Media yang Mengandung Pb. *Makara Sains.* Vol. 9, No. 2, pp. 56-59.

Landeros, C. R., Diaz, C., Bilyeu, B., Guerrero, V., dan Nunez, U. 2013. A Review on Cr (IV) Adsorption Using Inorganic Materials.. Vol. 4, pp. 8-16.

Murray, H.H. 2000. Traditional and new Application for kaolin, smectite, and polygroskite. A general view. *Appl Clay Sci.* Vol. 17 pp. 207-221.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Murtini, H. R., Gunawan. 2005. Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) Dalam Air Sumur, Air Laut And Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS. *Skripsi S-1*. Jurusan Kimia FMIPA UNDIP. Semarang.

Putra, A., Helmi., dan Syahputra, R. 2016. Studi Optimalisasi Adsorben Kaolin yang Dimodifikasi dengan Surfaktan dalam Penyisihan Logam Besi (II) dalam Air. *Seminar Nasional.* Lembaga Penelitian dan Pemberdayaan Masyarakat (LPPM) UNMAS Denpasar. Bali.

Said, M. 2009. Pengolahan Air Limbah Laboratorium dengan Menggunakan Koagulan Alum Sulfat and Poli Aluminium Klorida (PAC). *Jurnal Penelitian Sains Edisi Khusus Desember 2009 (C) 09:12-08*

Sahara, E. 2011. Regenerasi Lempung Bentonit dengan NH_4^+ Jenuh yang Diaktivasi Panas dan Daya Adsorpsinya Terhadap Cr(III. *Jurnal kimia 5(1) : 81-87*. Bukit Jimbaran: Lab Kim. Analitik Jur. Kimia FMIPA Universitas Udayana

Saragih, S. A. 2008. Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Batubara Riau sebagai Adsorben. Tesis. Universitas Indonesia. Jakarta.

Sari, T. I. W., Muhsin., dan Wijayanti, H. 2016.Pengaruh metode aktivasi sebagai absorben fe dalam sumur garuda Banjarbaru. Kalimantan Selatan.

Septawendar, R., Rasma, A., Sutardi, Suhanda., and Ramadhan, A. 2013. Preparation of Nano α-Al_2O_3 from Kaolin Belitung by Liquid Polish Milling. *Journal of Ceramics. Ceramic Processing Research.* Vol. 14, No.1, pp 35-40.

Sesarrita , A., Suryono, A., and Sarwono. 2015. Kualitas Pelayanan Publik Bidang Penanaman modal (Studi di kantor Pelayanan Terpadu Satu pintu). Reformasi. Vol. 5, No. 1, ISSN 2088-7469 (paper), ISSN 2407-6864 (online).

Shihab, M. Q. 2003. *Membumikan Al-Qur'an, Fungsi dan Peran Wahyu dalam Masyarakat.* (Cet. I: Bandung: Mizan Media Utama).

Soemirat, J. 2005. *Toksikologi Lingkungan.* Penerbit Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.

Suarya, P,. 2008. Adsorpsi Pengotor Minyak Daun Cengkeh oleh Lempung Teraktivasi Asam. *Jurnal Kimia 2(1), 19-24*. Bukit Jimbaran: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Sudarmaji., Mukono, J., and I.P, Corie. 2006. Toksikologi Logam Berat B3 and Dampaknya Terhadap Kesehatan. *Jurnal Kesehatan Lingkungan.* Vol. 2, No. 2, pp. 129-142.

Supriatno and Lelifajri. 2009. Analisis Logam Berat Pb and Cd dalam Sampel Ikan and Kerang Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Rekayasa Lingkungan.* Vol. 7, No. 1, pp. 5-8.

Susana, I. 2006. Montmorillionit Terpilar TiO_2 Sebagai Bahan Anti Bakteri Escherichia coli. Skripsi. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

Tuzen, M. 2003. Determination of Heavy Metals in Fish Samples of the Middle Black Sea (Turkey) by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. *Elsevier. Food Chemistry.* Vol. 80, pp. 119-123.

Utari, T. 1994. Pembuatan Adsorben Alumina Dari Kaolin. Tesis. Jakarta.

Wasito, S. Y. 2008. Preparasi dan Penentuan Logam Berat Cu, Cr, and Mn dalam Cuplikan Limbah percetakan dengan Metode Spektrometri Serapan Atom. *Pustek Akselerator and Proses Bahan-BATAN, Yogyakarta.* ISSN 1410-8178, pp. 245-248.

Wardhana, W.A. 1995. *Dampak Pencemaran Lingkungan.* Penerbit Andi Offset. Yogyakarta.

Webber, H. H. 1972. Aquaculture Technologies.Groton BioIndustries Development Company. Groton. Massachusetts.

World Health Organozation. 2010. Childhood Lead Posioning. New York: Library of WHO.

Yavuz, O., Altunkaynak, Y., and Guzel, F. 2003. Removal of Copper, Nickel, Cobalt, and Manganese from Aqueous Solution by Kaolinite. *Elsevier. Water Research.* Vol. 37, pp 948-952.

Yulia, Y., Muhdarina., dan Mukhtar, A. 2015. Lempung Alam Teraktivasi Asam Sulfat Sebagai Adsorben Untuk Penyerapan Kation Fe (III) Air Sungai Siak. Repository Universitas Riau. Riau

Yuliani. 2010. *Modifikasi Ampo Melalui Metode Pilarisasi.* Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UNDIP

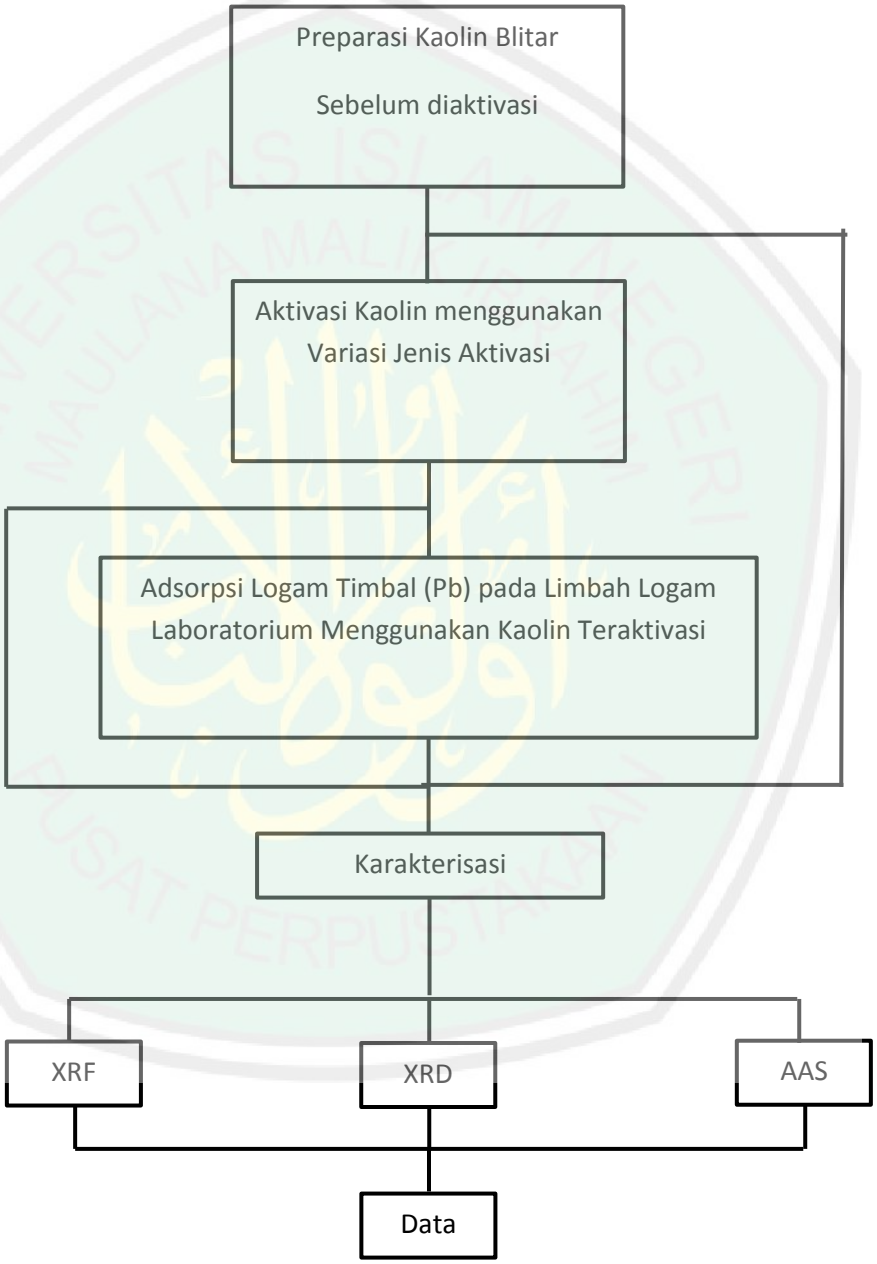
Zacaroni, L. M., Magriotis, Z. M., Cardoso, M. D. G., Santiago, W. D., Mendoca, J. G., Vieira, S. S., and Nelson, D. L. 2015. Natural Clay and Commercial Activated Charcoal: Properties and Application for The Removal of Copper from Cachaca. *Elsevier. Food Control.* Vol 47, pp. 536-544.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 1

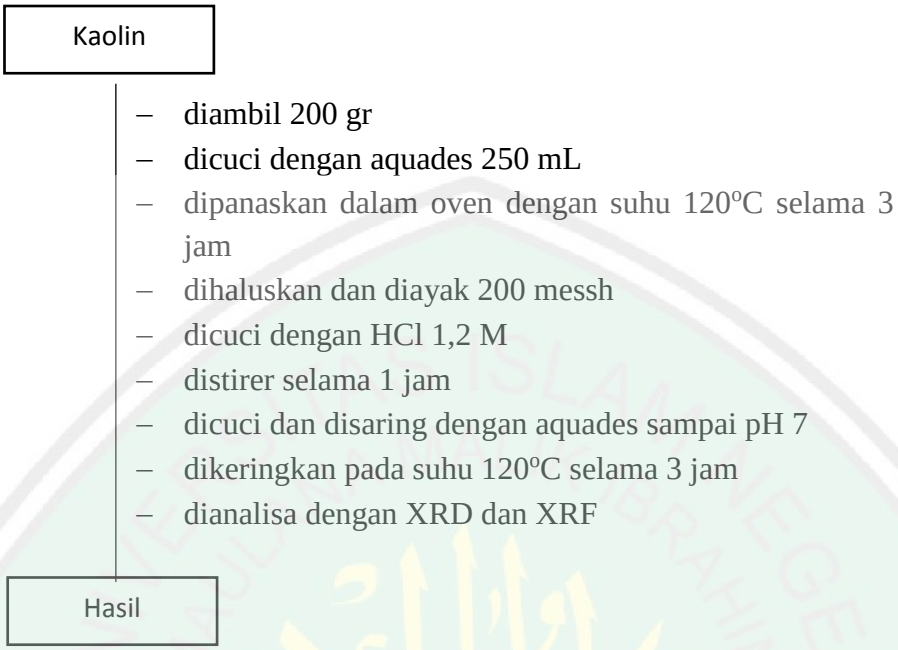
Kerangka Penelitian



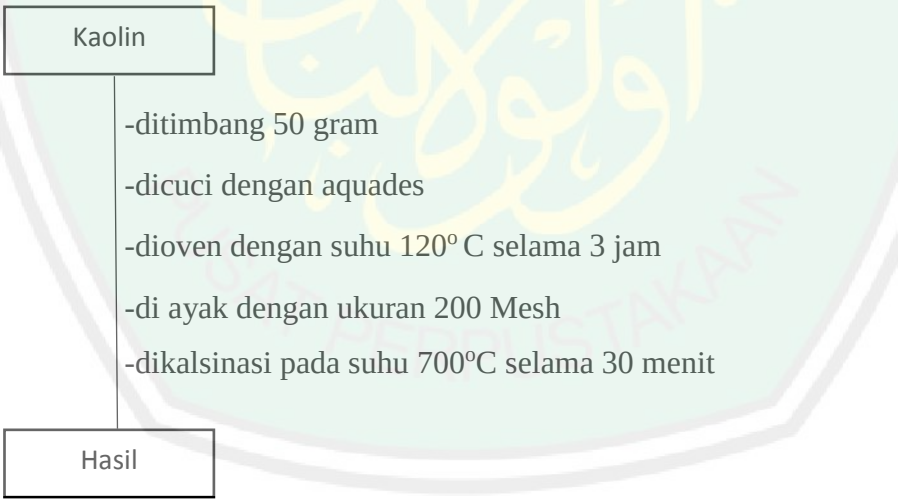
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 2 Diagram Alir

Preparasi sampel kaolin

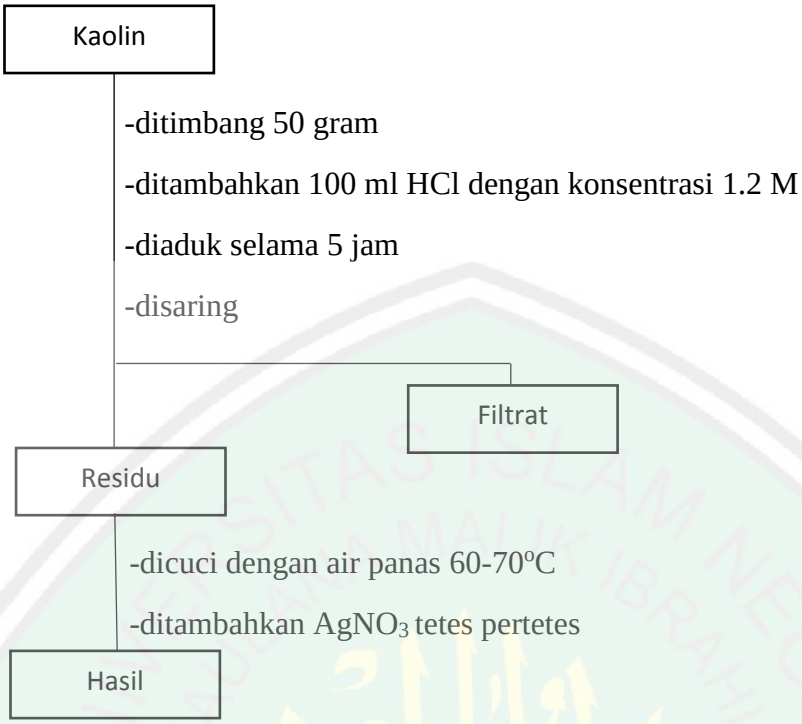


Aktivasi Fisika

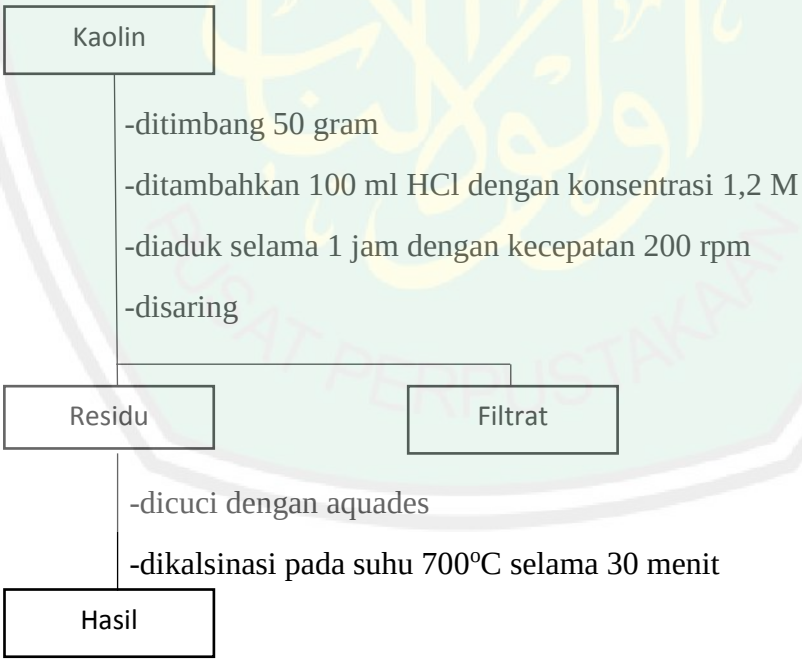


CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Aktivasi Kimia

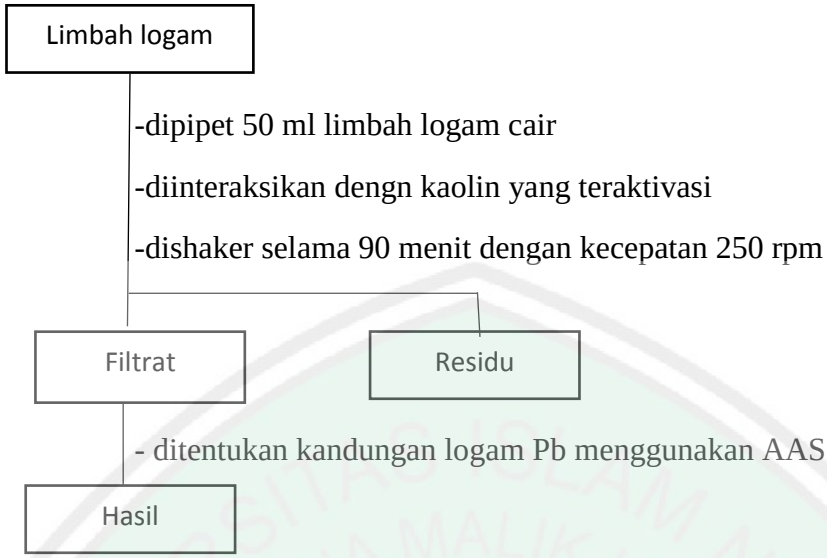


Aktivasi Kimia Fisika



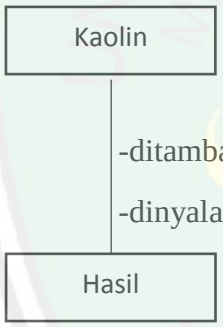
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Adsorpsi logam Pb menggunakan kaolin



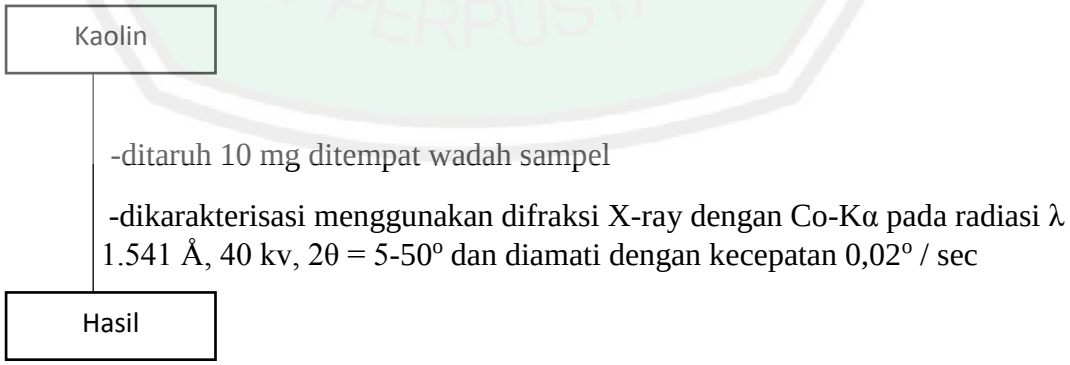
Karakterisasi

XRF



Karakterisasi

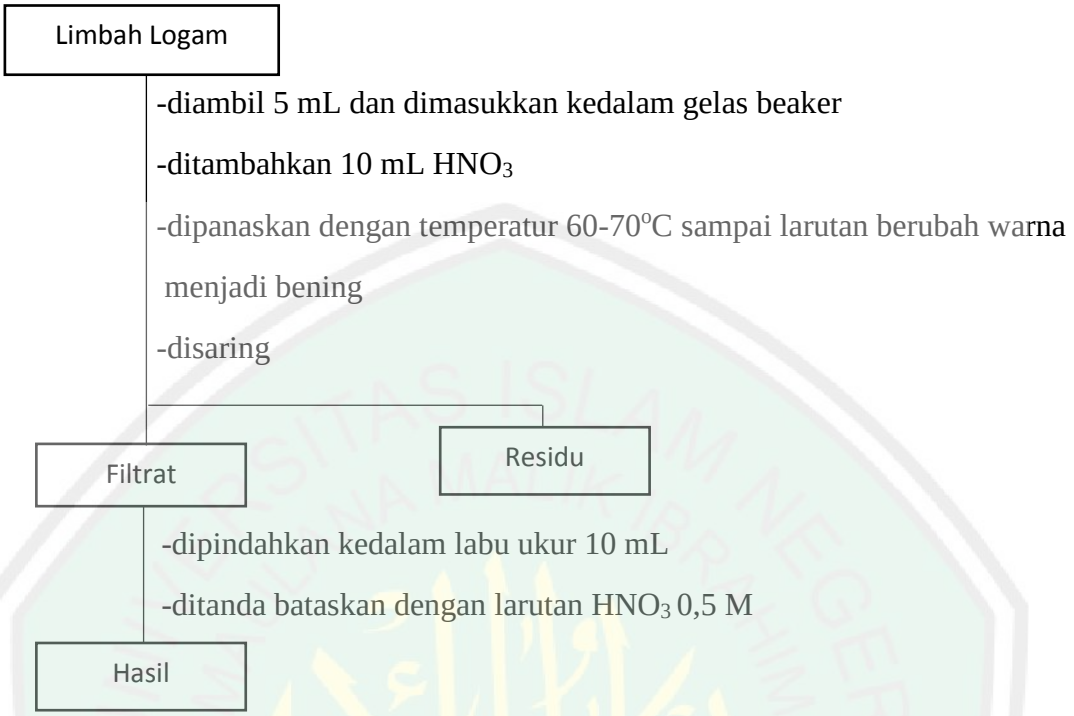
XRD



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pengukuran Kadar logam Timbal (Pb) Menggunakan AAS

a. Preparasi Sampel Sebelum Dianalisis Menggunakan AAS



b. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Menggunakan AAS

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 3 Perhitungan

- Larutan HCl di botol umumnya memiliki konsentrasi 37%.

Berat jenis (ρ) = 1,19 g/ml

Berat Molekul = 36,5 g/mol

1. Molaritas HCl

$$M = \frac{\rho \,.\, \% \,.\, 10}{Mr}$$

$$M = \frac{1{,}19 \,.\, 37 \,.\, 10}{36{,}5} = 12 \text{ M}$$

2. PENGENCERAN HCl

Pengenceran HCl 1,2 M

$$M_1 \text{ x } V_1 = M_2 \text{ x } V_2$$

$$12 \text{ M x } V_1 = 1{,}2 \text{ M x } 1000 \text{ ml}$$

$$V_1 = 100 \text{ mL}$$

- Larutan HNO_3 di botol umumnya memiliki konsentrasi 65%.

Berat jenis (ρ) = 1,502 g/ml

Berat Molekul = 63,02 g/mol

3. Molaritas HNO_3

$$M = \frac{\rho \,.\, \% \,.\, 10}{Mr}$$

$$M = \frac{1{,}502 \,.\, 65 \,.\, 10}{63{,}02} = 15{,}49 \text{ M}$$

4. Pengenceran HNO_3 0,5 M

$$M_1 \text{ x } V_1 = M_2 \text{ x } V_2$$

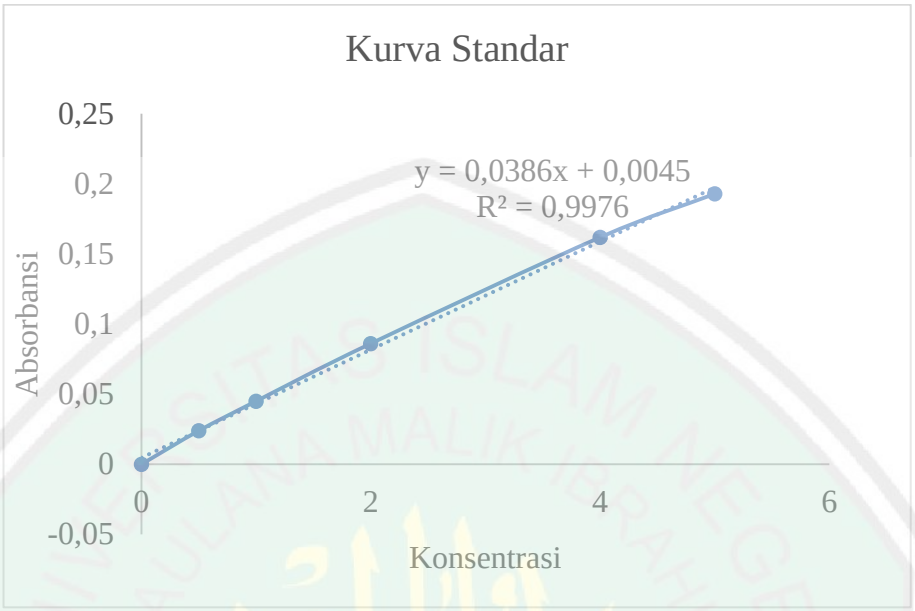
$$15{,}49 \text{ M x } V_1 = 0{,}5 \text{ M x } 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = 3{,}23 \text{ ml}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Penentuan Konsentrasi Pb

Kurva Standar Pb



KONSENTRASI	ABSORBANSI
0	-0,0001
0,5	0,0238
1	0,0449
2	0,086
4	0,1618
5	0,1928

Logam	Adsorben				
	Sebelum diadsorp (ppm)	Kaolin Tanpa Aktivasi (ppm)	Kaolin Teraktivasi Fisika (ppm)	Kaolin Teraktivasi Kimia (ppm)	Kaolin Teraktivasi Kimia Fisika (ppm)
Ulangan 1	4,00	3,80	3,84	3,78	3,39
Ulangan 2	3,96	3,72	4,06	3,51	3,27
Ulangan 3	3,85	3,57	3,51	3,39	3,47
Rata-Rata	3,94	3,70	3,80	3,56	3,38

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Konsentrasi yang terbaca AAS

Persen penurunan Logam Pb

$$\%\ Penurunan = \frac{kadar\ sebelum\ adsorpsi - kadar\ setelah\ adsorpsi}{kadar\ sebelum\ adsorpsi}\ x\ 100\%$$

- **Persen penurunan Pb**

Menggunakan kaolin tanpa aktivasi pengulangan 1

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{4{,}00\ ppm - 3{,}80\ ppm}{4{,}00\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 5 %

Menggunakan kaolin tanpa aktivasi pengulangan 2

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}96\ ppm - 3{,}72\ ppm}{3.96\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 6,06 %

Menggunakan kaolin tanpa aktivasi pengulangan 3

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}85\ ppm - 3{,}57\ ppm}{3{,}85\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 7,27 %

Menggunakan kaolin teraktivasi fisika pengulangan 1

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{4{,}00\ ppm - 3{,}84\ ppm}{4{,}00\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 4 %

Menggunakan kaolin teraktivasi fisika pengulangan 2

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}96\ ppm - 4{,}06\ ppm}{3{,}96\ ppm}\ x\ 100\%$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

= -2,52 %

Menggunakan kaolin teraktivasi fisika pengulangan 3

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}85\ ppm - 3{,}51\ ppm}{3{,}85\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 8,83 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia pengulangan 1

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{4{,}00\ ppm - 3{,}78\ ppm}{4{,}00\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 5,5 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia pengulangan 2

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}96\ ppm - 3{,}51\ ppm}{3{,}96\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 11,36 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia pengulangan 3

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}85\ ppm - 3{,}57\ ppm}{3{,}85\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 11,95 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia-fisika pengulangan 1

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{4{,}00\ \ ppm - 3{,}39\ ppm}{4{,}00\ ppm}\ x\ 100\%$$

= 15,25 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia-fisika pengulangan 2

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}96\ ppm - 3{,}27\ ppm}{3{,}96\ ppm}\ x\ 100\%$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

= 17,42 %

Menggunakan kaolin teraktivasi kimia-fisika pengulangan 3

$$\%\ Penurunan\ Pb = \frac{3{,}85\ ppm - 3{,}57\ ppm}{3{,}85\ ppm}\ x\ 100\%$$

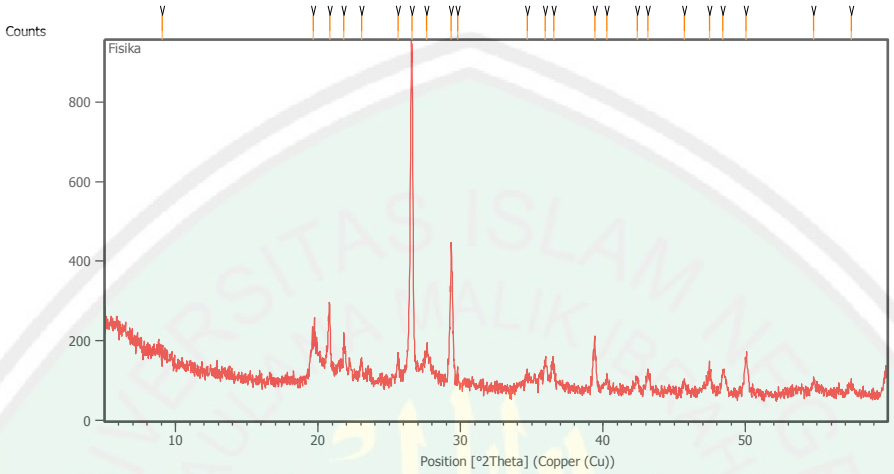
= 9,87 %

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya. Spesifikasi instrumen XRD yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L. 3.1

L.4.1 Difraktogram Kaolin Aktivasi Fisika Menggunakan XRD

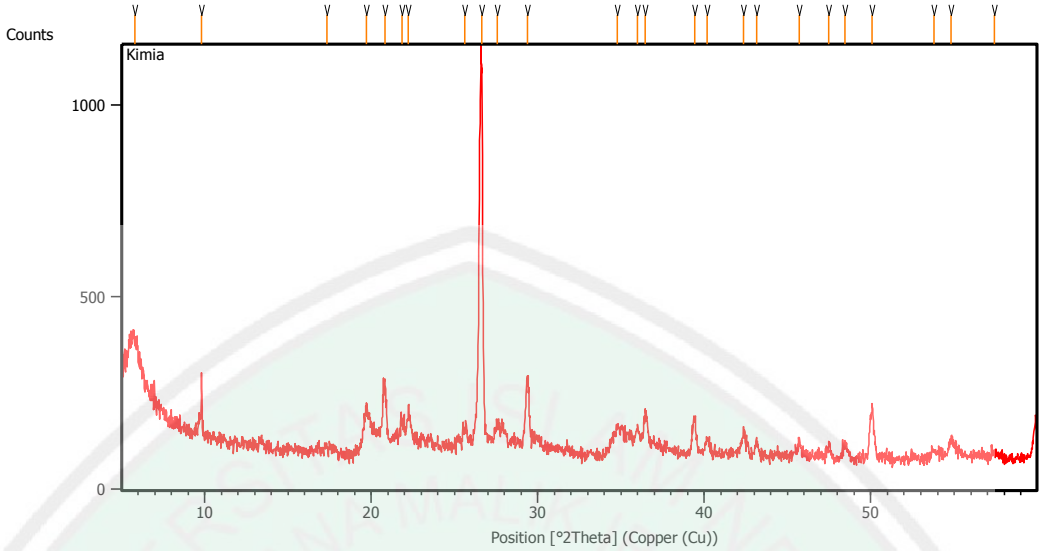


Tabel XRD Kaolin Aktivasi Fisika Menggunakan XRD

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.0547	15.02	0.8029	9.76679	1.84
19.6611	106.11	0.2342	4.51540	13.00
20.7991	195.50	0.1004	4.27084	23.95
21.8188	97.84	0.1673	4.07351	11.98
23.0489	52.41	0.1338	3.85882	6.42
25.6050	63.34	0.1338	3.47909	7.76
26.5720	816.37	0.1840	3.35464	100.00
27.6054	85.41	0.2676	3.23137	10.46
29.3508	358.71	0.0836	3.04306	43.94
29.8088	39.67	0.1004	2.99734	4.86
34.6712	37.92	0.4015	2.58732	4.65
35.9182	68.85	0.2007	2.50030	8.43
36.5187	64.54	0.2342	2.46055	7.91
39.4063	142.57	0.0502	2.28665	17.46
40.2381	32.73	0.2676	2.24128	4.01
42.3938	34.63	0.1673	2.13217	4.24
43.1572	51.57	0.2007	2.09620	6.32
45.7022	30.97	0.2342	1.98522	3.79
47.4619	55.22	0.2007	1.91565	6.76
48.4196	55.64	0.1673	1.87997	6.82
50.0229	87.09	0.2007	1.82341	10.67
54.7653	28.68	0.2007	1.67620	3.51
57.4201	25.90	0.2676	1.60486	3.17

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

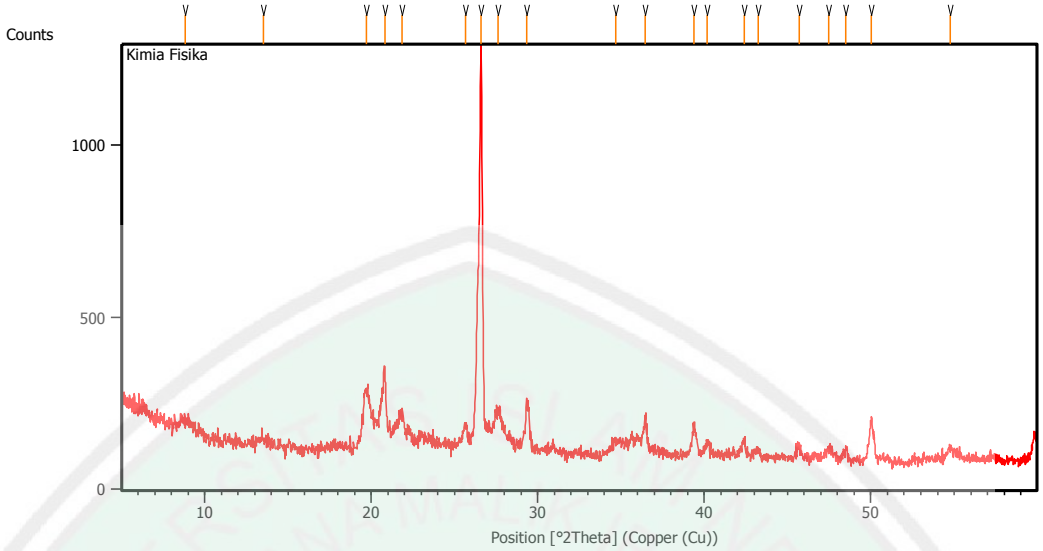
L.4.2 Difraktogram Kaolin Aktivasi Kimia Menggunakan XRD



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.8102	185.53	0.5353	15.21137	18.64
9.8121	137.30	0.0502	9.01447	13.80
17.3230	13.25	0.8029	5.11922	1.33
19.7085	116.42	0.2342	4.50465	11.70
20.8382	164.62	0.1673	4.26291	16.54
21.8512	66.65	0.1338	4.06754	6.70
22.2377	103.28	0.1338	3.99771	10.38
25.6180	45.51	0.2007	3.47736	4.57
26.6477	995.11	0.2175	3.34528	100.00
27.5418	55.37	0.2007	3.23869	5.56
29.3817	177.23	0.2007	3.03993	17.81
34.7793	71.82	0.5353	2.57952	7.22
35.9765	74.26	0.2007	2.49638	7.46
36.4317	108.03	0.2007	2.46623	10.86
39.4169	96.71	0.2676	2.28606	9.72
40.1859	48.48	0.2007	2.24407	4.87
42.3485	63.47	0.2676	2.13435	6.38
43.1248	45.70	0.1673	2.09770	4.59
45.7015	47.73	0.1338	1.98525	4.80
47.4621	33.31	0.2676	1.91564	3.35
48.4225	38.11	0.2676	1.87987	3.83
50.0767	138.34	0.2342	1.82158	13.90
53.7841	17.46	0.4015	1.70444	1.75
54.8138	49.35	0.2676	1.67483	4.96
57.4294	17.88	0.4015	1.60462	1.80

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

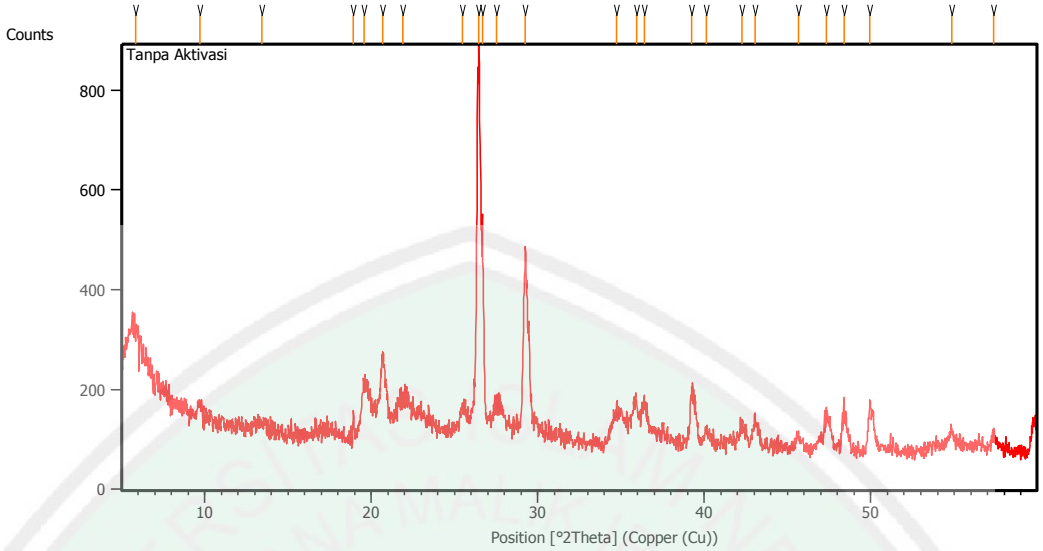
L.4.3 Difraktogram Kaolin Aktivasi Kimia Fisika Menggunakan XRD



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8165	22.69	0.6691	10.03007	1.96
13.5033	18.69	0.8029	6.55750	1.61
19.6841	162.55	0.4015	4.51019	14.03
20.8125	208.44	0.1673	4.26814	18.00
21.8303	80.29	0.2676	4.07138	6.93
25.6699	57.61	0.1673	3.47045	4.97
26.5758	1158.27	0.1506	3.35418	100.00
27.6067	101.78	0.4015	3.23121	8.79
29.3488	137.72	0.2007	3.04326	11.89
34.6710	46.71	0.4015	2.58733	4.03
36.4638	113.74	0.1338	2.46413	9.82
39.3577	87.20	0.1338	2.28936	7.53
40.1853	45.46	0.2007	2.24410	3.93
42.3997	53.55	0.1338	2.13188	4.62
43.2242	23.91	0.3346	2.09311	2.06
45.7140	39.34	0.2676	1.98474	3.40
47.4894	34.85	0.3346	1.91460	3.01
48.4742	31.93	0.2007	1.87798	2.76
50.0188	123.80	0.1673	1.82355	10.69
54.7724	31.26	0.6691	1.67600	2.70

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.4.4 Difraktogram Kaolin Tanpa Aktivasi Menggunakan XRD



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.8504	121.89	0.4015	15.10679	16.19
9.6976	22.41	0.2007	9.12067	2.98
13.4267	13.29	0.9368	6.59471	1.76
18.9200	43.81	0.0836	4.69056	5.82
19.5787	99.58	0.4684	4.53422	13.22
20.6590	145.39	0.2007	4.29949	19.31
21.8891	45.60	0.6691	4.06057	6.06
25.4843	50.25	0.3346	3.49530	6.67
26.4683	753.05	0.1506	3.36755	100.00
26.6820	392.66	0.0836	3.34106	52.14
27.5078	60.22	0.2342	3.24261	8.00
29.2272	341.48	0.2007	3.05564	45.35
34.7037	65.73	0.5353	2.58497	8.73
35.9132	89.25	0.2342	2.50064	11.85
36.3784	81.05	0.2676	2.46972	10.76
39.2229	100.89	0.2007	2.29692	13.40
40.1359	28.50	0.3346	2.24675	3.78
42.2508	42.83	0.4684	2.13905	5.69
43.0291	57.98	0.4015	2.10215	7.70
45.6417	23.76	0.4015	1.98771	3.16
47.3309	65.53	0.4015	1.92064	8.70
48.3762	83.00	0.2342	1.88156	11.02
49.9327	92.10	0.2007	1.82649	12.23
54.8427	39.73	0.2007	1.67402	5.28
57.3557	30.58	0.2676	1.60651	4.06

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRF

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan di Fakultas MIPA Universitas Negri Malang. Spesifikasi instrumen XRF yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L. 4.1

L.5.1 tabel karakterisasi kaolin tanpa aktivasi menggunakan XRF.

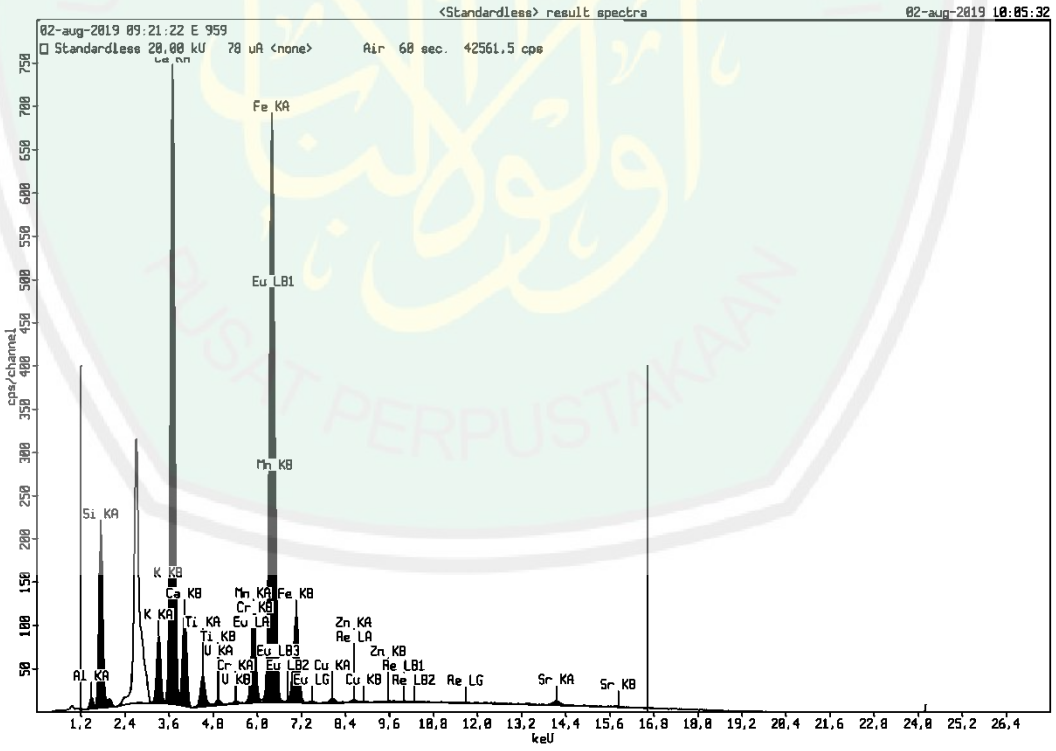
02-aug-2019 10:05:16 **Sample results** Page 1

Sample ident
E 959

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	02-aug-2019 09:21:22
Position	5

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Sr	Eu	Re
Conc	6,9	39,2	3,71	31,1	1,29	0,06	0,063	1,97	14,4	0,11	0,03	0,76	0,2	0,2
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

L.5.2 Difraktogram Kaolin Tanpa Aktivasi menggunakan XRF



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.5.3 tabel karakterisasi kaolin aktivasi kimia menggunakan XRF.

02-aug-2019 10:05:41 **Sample results** Page 1

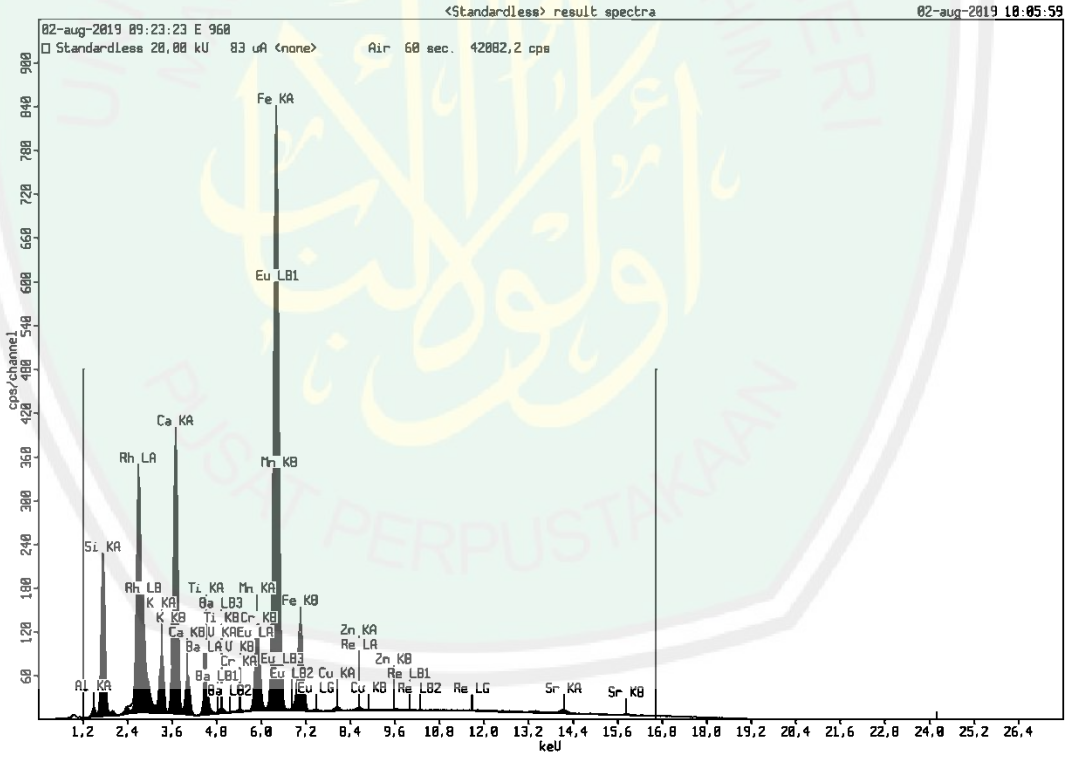
Sample ident
E 960

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	02-aug-2019 09:23:23
Position	6

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Sr	Ba	Eu
Conc	7,6	47,0	4,30	17,9	1,39	0,06	0,070	2,34	17,7	0,14	0,08	0,80	0,1	0,3
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Re
Conc	0,2
Unit	%

L.5.4 difraktogram kaolin aktivasi kimia menggunakan XRF.



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.5.5 tabel karakterisasi kaolin aktivasi fisika menggunakan XRF.

02-aug-2019 10:06:09 **Sample results** Page 1

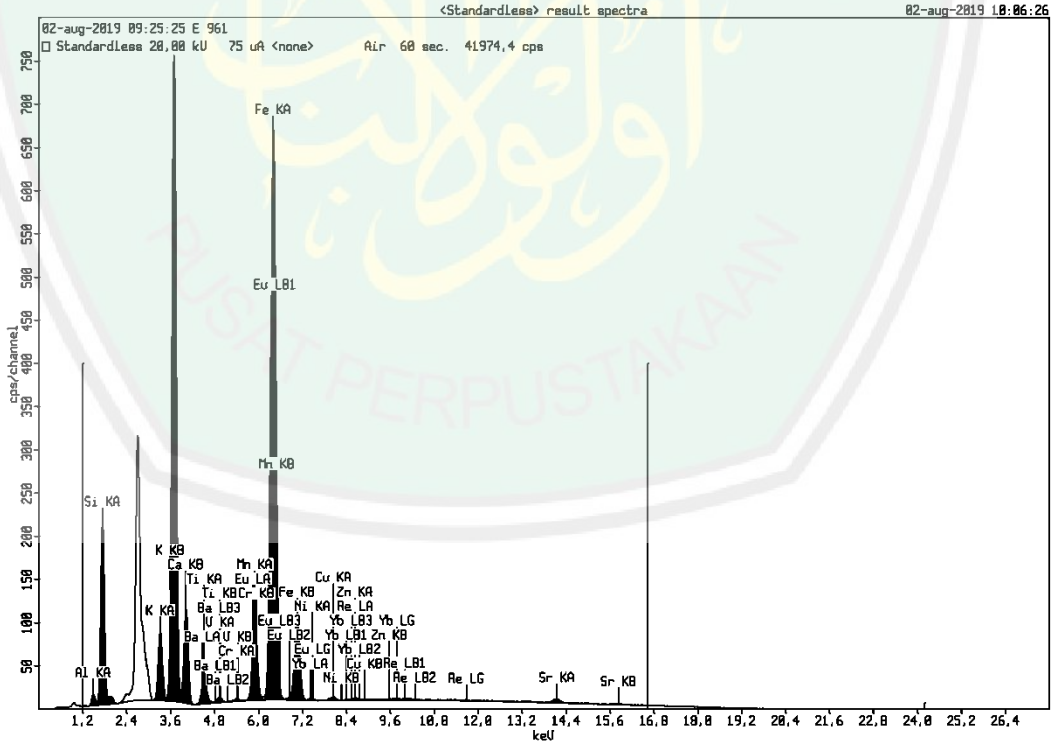
Sample ident
E 961

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	02-aug-2019 09:25:25
Position	7

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Sr	Ba
Conc	6,8	39,8	3,68	31,1	1,2	0,03	0,057	1,91	13,8	0,02	0,094	0,007	0,71	0,2
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Eu	Yb	Re
Conc	0,2	0,1	0,2
Unit	%	%	%

L.5.6 difraktogram kaolin aktivasi fisika menggunakan XRF.



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.5.7 tabel karakterisasi kaolin aktivasi kimia-fisika menggunakan XRF.

L.5.1 tabel karakterisasi kaolin tanpa aktivasi menggunakan XRF.

02-aug-2019 10:06:35 **Sample results** Page 1

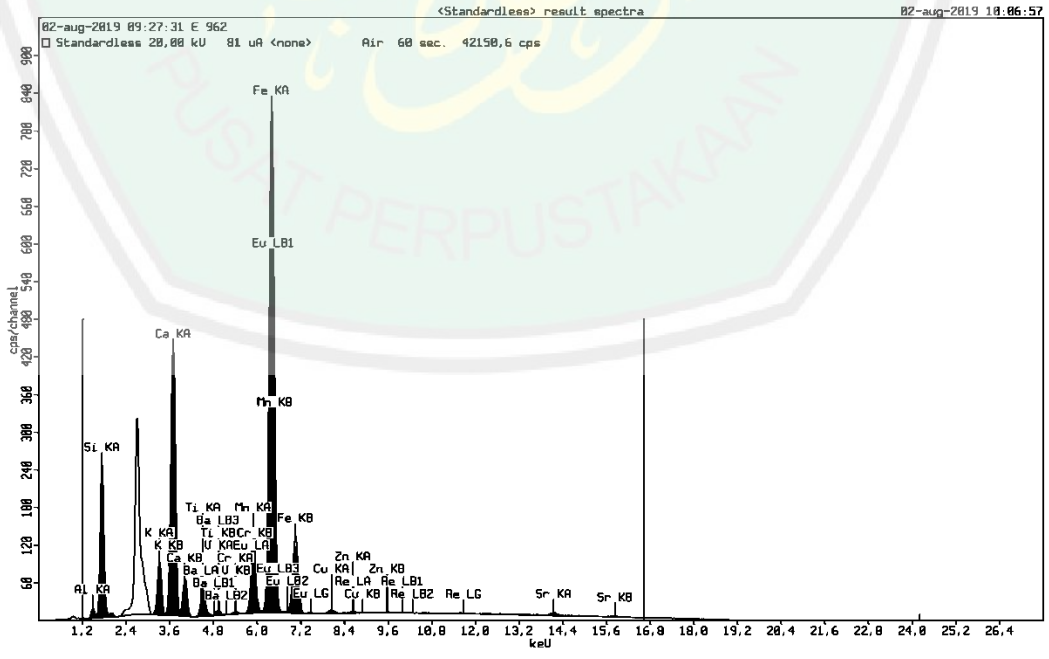
Sample ident
E 962

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	02-aug-2019 09:27:31
Position	8

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Sr	Ba	Eu
Conc	8,2	48,9	4,30	18,2	1,29	0,04	0,069	2,00	15,4	0,11	0,04	0,64	0,1	0,4
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Re
Conc	0,2
Unit	%

L.5.8 Difraktogram kaolin aktivasi kimia-fisika menggunakan XRF.



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG