

**AKTIVASI KAOLIN ALAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI HCl  
SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**RAISAL HAKIM**  
NIM. 13630042



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

**AKTIVASI KAOLIN ALAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI HCl  
SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**RAISAL HAKIM**  
NIM. 13630042

Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

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


**AKTIVASI KAOLIN ALAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI HCl  
SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM**

**SKRIPSI**

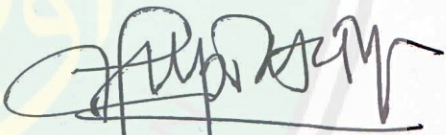
Oleh:  
**Raisal Hakim**  
NIM. 13630042

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 18 Desember 2019

**Pembimbing I**

  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19820616 200604 1 002

**Pembimbing II**

  
**Dr. Anton Prasetyo, MSi**  
NIP. 19770925 200604 1 003

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan**



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

**AKTIVASI KAOLIN ALAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI HCl  
SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Pb PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**Raisal Hakim**  
NIM. 13630042

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 18 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

(.....)

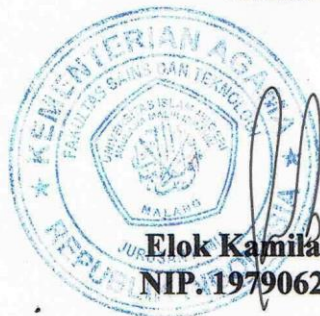
**Sekretaris Penguji** : Elok Kamilah Hayati, M.Si  
NIP. 19820616 200604 1 002

(.....)

**Anggota Penguji** : Dr. Anton Prasetyo, MSi  
NIP. 19770925 200604 1 003

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan**



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

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN


Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Raisal Hakim  
NIM : 13630042  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : “Aktivasi Kaolin Alam Dengan Variasi Konsentrasi HCl  
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, 25 Desember 2019  
Yang membuat pernyataan,



  
Raisal Hakim  
NIM. 13630042

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya, ayah dan ibuku tercinta, Bapak Mursalik dan Ibu Marya Ulfa. Terimakasih atas doa yang selalu dipanjatkan untuk keselamatan diri, kelancaran urusan, dan keberhasilanku. Terimakasih atas dukungan dan nasehatnya untuk saya agar selalu yakin, semangat, percaya diri, dan berusaha untuk menjadi yang lebih baik. Terimakasih pula atas tetesan keringan yang telah Bapak dan ibu keluarkan demi kehidupan saya di masa lalu, sekarang, dan masa depan. Semoga diberkahi Allah. Kedua, teruntuk kakak saya tercinta, Imamul Mujtahidin, terimakasih atas do'a, dukungan, dan nasehatnya.

Teruntuk pula sahabat-sahabatku tercinta, terimakasih atas semangat, nasehat, do'a, canda tawa, dan kebersamaan selama perkuliahan, semoga persahabatan kita tak terbatas jarak maupun waktu.

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“AKTIVASI KAOLIN ALAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI HCl 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 Nur Aini selaku dosen pembimbing dan penguji, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku Dosen Pembimbing Agama yang selalu sabar untuk memberikan bimbingan, nasehat, dan motivasi, sehingga penulisan naskah ini terutama bagian integrasi sains dan islam dapat terselesaikan.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku dosen pembimbing yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, nasehat, dan motivasi, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.

5. Ibu Vina Nurul Istighfarini M.Si selaku dosen konsultan yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah ini dapat terselesaikan.
6. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si., M.P selaku dosen penguji yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah ini dapat terselesaikan.
7. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
9. Seluruh Laboran Jurusan Kimia yang telah membantu dalam proses penelitian.
10. Teman-teman mahasiswa angkatan 2013 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi.
11. 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, November 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiv</b>
<b>المخلص</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah .....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>8</b>
2.1 Kaolin sebagai Adsorben.....	8
2.2 Aktivasi Kaolin.....	11
2.3 Limbah Logam Berat.....	17
2.4 Adsorpsi Logam Pb .....	18
2.5 Penentuan Logam Berat Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	21
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>23</b>
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 .....	24
3.4 Cara Kerja .....	24
3.4.1 Preparasi Sampel Kaolin .....	24
3.4.2 Aktivasi Secara Kimia .....	24
3.5 Karakterisasi Kaolin .....	25
3.5.1 Karakterisasi Kaolin dengan Menggunakan <i>X-Ray</i> <i>Flourescence</i> (XRF).....	25
3.5.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) ..	25
3.6 Persiapan Sampel Limba Cair Laboratorium .....	25

3.7 Adsorpsi Logam Timbal (Pb) Pada Limbah Cair Laboratorium dengan Kaolin.....	26
3.7.1 Preparasi Limbah Logam Sebelum Analisis Menggunakan AAS.....	26
3.8 Pembuatan Kurva Standar Pb .....	26
3.9 Analisis Data.....	27
3.9.1 Analisis Data Hasil Analisa Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>X-Ray Flourescence</i> (XRF).....	27
3.9.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	27
3.10 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Logam Pb...27	
<b>BAB IV PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
4.1 Karakteristik Unsur Kaolin Blitar.....	29
4.2 Karakteristik Unsur pada Kaolin Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi secara Kimia 2, 4 dan 6 M (Aktivasi HCl dengan XRF) .....	30
4.3 Karakteristik Unsur pada Kaolin Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi secara Kimia 2, 4 dan 6 M (Aktivasi HCl dengan XRD).....	31
4.4 Uji Adsorpsi Logam Pb Oleh Kaolin Tanpa Aktivasi, Teraktivasi HCl 2, 4 dan 6 M .....	33
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan .....	37
5.2 Saran .....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>38</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>41</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian .....	41
Lampiran 2 Diagram Alir .....	42
Lampiran 3 Perhitungan .....	44
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD .....	49



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kaolin dari daerah Blitar Selatan .....	8
Gambar 2.2	Struktur kaolin .....	9
Gambar 2.3	Analisa XRD dari kaolin Blitar Selatan .....	11
Gambar 2.4	Difraktogram kaolin teraktivasi HCl 2 M .....	16
Gambar 4.1	Difraktogram XRD (a) standart kaolin, (b) standart kuarsa, (c) standar alumunium silika oksida, (d) kaolin tanpa aktivasi, (e) kaolin aktivasi HCl 2 M, (f) kaolin aktivasi HCl 4 M, (g) kaolin aktivasi HCl 6 M .....	32
Gambar 4.2	Kurva Standar Pb .....	33
Gambar 4.3	Persentase penurunan konsentrasi logam Pb oleh kaolin aktivasi dan kaolin teraktivasi HCl 2, 4 dan 6 M .....	35



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan mineral kaolin dari Blitar Selatan .....	10
Tabel 2.2	Hasil analisa adsorpsi limbah logam dengan kaolin menggunakan AAS .....	22
Tabel 4.1	Hasil karakterisasi kaolin sebelum dan sesudah aktivasi HCl dengan XRF .....	30
Tabel 4.2	Konsentrasi logam Pb sebelum dan sesudah proses adsorpsi.....	34



## ABSTRAK

Hakim, Raisal. 2019. **Aktivasi Kaolin Alam dengan Variasi Konsentrasi HCl sebagai Adsorben Logam Pb pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim.** Pembimbing I: Elok Kamilah Hayati, M.Si., Pembimbing II: Dr. Anton Prasetyo, M.Si

---

---

**Kata Kunci:** Aktivasi, adsorben, Pb, HCl

Kaolin merupakan salah satu jenis lempung yang dapat digunakan sebagai adsorben logam berat pada limbah cair. Kaolin banyak diaplikasikan di industri seperti kertas, keramik, karet, plastik, cat, fibergelas, dan kosmetik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi aktivasi terhadap kemampuan kaolin sebagai adsorben. Aktivasi kaolin dilakukan secara kimia menggunakan larutan HCl 2, 4, dan 6 M disertai pengadukan dengan kecepatan 250 rpm selama 90 menit. Hasil aktivasi kaolin alam kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan XRF. Aktivasi kaolin ini untuk menghasilkan adsorben yang mampu menyerap logam timbal (Pb) secara optimum yang dianalisis dengan menggunakan AAS. Dari penelitian ini, aktivasi yang optimum diperoleh untuk kaolin dalam mengadsorpsi Pb adalah kaolin tanpa aktivasi. Adsorben tanpa aktivasi mempunyai daya adsorpsi yang besar terhadap logam Pb yaitu menghasilkan penurunan kandungan logam timbal (Pb) sebesar 31,24 %.

## ABSTRACT

Hakim, Raisal. 2019. **Activation of Natural Kaolin with Variation Concentration of HCl as Pb Metal Adsorbent in UIN Maulana Malik Ibrahim Chemical Laboratory Waste**. Advisor I: Elok Kamilah Hayati, M.Sc., Advisor II: Dr. Anton Prasetyo, M.Sc.

---

**Keyword:** Activation, adsorbent, Pb, HCl

Kaolin is one type of clay that can be used as heavy metal adsorbent on liquid waste. Kaolin is widely applied in industries such as paper, ceramic, rubber, plastic, paint, fiber, glass, and cosmetics. This research aims to determine the influence of variations in activation of Kaolin's abilities as adsorbent. The activation of kaolin is chemically performed using a 2, 4, and 6 M HCl solution accompanied by stirring at 250 rpm for 90 minutes. The results of natural kaolin activation were then characterised using XRD and XRF. The activation of kaolin to produce adsorbent that is able to absorb lead metal (Pb) is optimum by using AAS. From this research, the optimum activation obtained for kaolin in the judgment of Pb is kaolin without activation. Adsorbent without activation has a large adsorption power to Pb metal, which results in a decrease the ion content (Pb) of 31.24%.

## الملخص

حكيم ، ريسال . ٩١٠٢. تفعيل الكاولين الطبيعي مع تركيز النغير في حمض الهيدروكلوريك كمادة **Pb** المعدنية الممتصة في مختبر جامعة ولاية مولانا مالك إبراهيم الإسلامية للنفائيات الكيميائية .المستشار الأول : علوك كامله هايتي ، ماجستير ، مستشار ساني : د. أنطون براسيو ، ماجستير

**الكلمات الرئيسية:** التنشيط ، كثف ، **HCl، Pb**

الكاولين هو نوع واحد من الطين التي يمكن استخدامها كالمعادن الثقيلة الممتزة علي النفائيات السائلة. يتم تطبيق الكاولين علي نطاق واسع في الصناعات مثل الورق والسيراميك والمطاط والبلاستيك والطلاء وألياف والزجاج ومستحضرات التجميل. يهدف هذا البحث إلى تحديد تأثير الاختلافات في تفعيل قدرات الكاولين كما الممتزة. يتم تنفيذ التنشيط من الكاولين كيميائيا باستخدام ٢ ، ٤ ، و ٦ M محلول **HCl** يرافقه التحريك في ٢٥٠ لفة في الدقيقة لمدة ٩٠ دقائق. وكانت نتائج تنشيط الكاولين الطبيعية ثم تميزت باستخدام **XRD** و **XRD**. هذا التنشيط الكاولين لإنتاج الممتزات التي هي قادره علي امتصاص أيونات الرصاص (**Pb**) هو الأمثل باستخدام العاص. من هذا البحث ، والتنشيط الأمثل الحصول علي الكاولين في الحكم من الرصاص هو الكاولين دون تفعيل. الممتزة دون تنشيط لديها قوة الامتزاز كبيره لأيون الرصاص ، مما يؤدي إلى انخفاض في محتوى أيون الرصاص (**Pb**) م ٤٢,١٣٪ .

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pengelolaan limbah cair salah satunya bertujuan untuk mengurangi kandungan limbah logam sehingga bisa dibuang ke lingkungan, salah satu cara yang dapat dilakukan adalah dengan cara adsorpsi. Hal ini dikarenakan adanya logam dalam limbah, jika tidak diolah akan terakumulasi ke lingkungan dan berbahaya bagi ekosistem (Adli, 2012).

Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang setiap tahunnya menghasilkan limbah cair  $\pm$  120 liter (Yulianti, 2015 dan Darmawan, 2017). Salah satu jenis limbah dari kegiatan laboratorium di perguruan tinggi adalah limbah logam berat. Salah satu logam berat yang terkandung di dalam limbah laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang tersebut adalah timbal (Pb). Hasil analisis kadar timbal (Pb) di dalam limbah logam menggunakan AAS adalah cukup tinggi yaitu diatas 50 ppm (Yulianti, dkk. 2015). Logam timbal (Pb) merupakan logam berat yang dalam semua bentuk senyawanya bersifat toksik. Logam timbal (Pb) dilaporkan oleh *World Health Organization* (WHO) sebagai logam berat tingkat 1 paling berbahaya kedua setelah merkuri (Hg) dibandingkan logam berat tingkat 1 lainnya seperti tembaga (Cu), dan seng (Zn) (WHO, 2010). Timbal (Pb) dapat menyebabkan gangguan kesehatan bahkan menyebabkan kematian apabila terakumulasi dalam tubuh (Juberg dan Ross, 2000), dan juga dapat mencemari kelestarian lingkungan (Kleppe dan McKelvey, 1976).

Allah swt berfirman dalam al-Qur'an surat al Baqarah Ayat 11:

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ قَالُوا إِنَّمَا نَحْنُ مُصْلِحُونَ ﴿١١﴾

"

*Dan bila dikatakan kepada mereka: "Janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi". Mereka menjawab: "Sesungguhnya kami orang-orang yang mengadakan perbaikan".*

Perbuatan yang dilakukan manusia bisa mengakibatkan kerusakan yang terjadi di darat dan di laut. Sebaliknya kerusakan yang dilakukan oleh manusia mengakibatkan kerugian pada kehidupan manusia itu sendiri. Semakin banyak kerusakan yang dilakukan oleh manusia maka semakin banyak lingkungan yang akan menjadi rusak. Sesungguhnya ini merupakan kenyataan yang tidak dapat di hindari. Sesungguhnya Allah menciptakan semua makhluk saling berkaitan satu sama lain. Dalam keterkaitan itu, lahir keserasian dan keseimbangan dari yang terkecil hingga yang terbesar dan semua tunduk dalam pengaturan Allah. Bila terjadi gangguan pada keharmonisan dan keseimbangan itu, maka kerusakan akan terjadi dan pasti berdampak pada seluruh bagian alam, termasuk manusia, baik yang merusak maupun yang mendukung kerusakan itu sendiri (Hamka, 2006).

Sama halnya dengan limbah logam cair laboratorium yang dihasilkan oleh laboratorium Kimia Univeristas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, apabila tidak dilakukan pengolahan terhadap limbah logam cair tersebut 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 timbal (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 adalah proses penyerapan satu atau lebih komponen (adsorbat) dari fasa gas atau fasa cair oleh permukaan pori-pori zat padat (adsorben) (Rousseau, 198). Adsorpsi merupakan peristiwa terakumulasinya partikel pada suatu permukaan. Adsorben pada umumnya adalah zat padat yang berongga, contohnya lempung, zeolit dan arang aktif (Atkins, 1999).

Kaolin merupakan salah satu jenis lempung yang dapat digunakan sebagai adsorben logam berat pada limbah cair. 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, katalis (Landeros, dkk. 2013).

Di Indonesia keberadaan kaolin sangat melimpah di beberapa daerah seperti Bangka, Lampung, Jawa Barat, Jawa Timur, Kalimantan, Sulawesi dan masih banyak daerah yang mempunyai kelimpahan kaolin. Blitar merupakan salah satu kabupaten yang terdapat di provinsi Jawa Timur. Kabupaten Blitar mempunyai kekayaan alam yang melimpah dan salah satunya adalah kekayaan mineral berupa kaolin. Sektor pertambangan kaolin di kabupaten Blitar berada di daerah Blitar Selatan (Sesarrita, dkk., 2015).

Proses aktivasi merupakan proses yang terpenting karena sangat menentukan kualitas kaolin yang dihasilkan baik luas area permukaan maupun daya adsorpsinya. Luas permukaan berhubungan erat dengan aktivitas karena

reaksi berlangsung dalam permukaan. Luas permukaan yang besar akan menyebabkan semakin banyak pula molekul-molekul zat pereaksi teradsorpsi pada permukaan sehingga aktivitasnya akan bertambah besar (Susana, 2006).

Ion kaolin dengan perbandingan (1:1) dari rasio silika dan alumina (Si/Al) mempunyai muatan negatif dengan perbandingan relatif kecil terhadap muatan positifnya, hal ini yang menimbulkan gugus hidroksil berdampak terhadap munculnya muatan negatif (Tan, 1995). Muatan ini berpotensi untuk mengikat kation yang dapat dipertukarkan oleh kation lain. Hal inilah yang menyebabkan terjadinya adsorpsi dan pertukaran ion. Peningkatan aktivitas kaolin sebagai adsorben dapat dilakukan dengan proses aktivasi.

Hasil Penelitian Sari, dkk. (2016) melaporkan bahwa kaolin yang telah di aktivasi secara fisika pada suhu pemanasan 700 °C dapat menyerap logam lebih maksimal. Hal ini terbukti dengan berubahnya nilai Fe yang terkandung dalam air sumur Garuda yang memiliki kadar Fe sebesar 1,47 mg/L turun menjadi 0,2 mg/L sehingga diperoleh besarnya penurunan kadar Fe sebesar 81,67 %. Kaolin yang telah diaktivasi secara kimia dengan HCl 0,25 M dapat menyerap logam lebih maksimal. 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 0,04 mg/L sehingga diperoleh penurunan kadar Fe sebesar 97,28 %. Kaolin ditambahkan dengan HCl 0,25 M kemudian diaktivasi secara fisika dengan cara pemanasan pada suhu 700 °C dapat menyerap logam lebih maksimal di bandingkan dengan kaolin yang diaktivasi secara Fisika. Hal ini terbukti dengan berubahnya nilai Fe yang terkandung dalam sumur Garuda yang semula memiliki

kadar Fe sebesar 1,47mg/L turun menjadi 0,63 mg/L sehingga diperoleh besarnya penurunan kadar Fe sebesar 57,14 % .

Hasil adsorpsi Fe menggunakan kaolin diperoleh aktivasi kimia paling bagus dibandingkan jenis aktivasi yang lain atau dapat diturunkan sebagai berikut : aktivasi Kimia-Fisika lebih kecil di bandingkan aktivasi Fisika, aktivaasi Fisika lebih kecil dari aktivasi Kimia. Hal ini dapat dijelaskan dimana untuk perlakuan aktivasi kimia dari hasil reaksi yang terjadi karena adanya penambahan HCl, dengan adanya penambahan asam luas permukaan kaolin lebih besar diperoleh dibandingkan dengan adanya pemanasan maupun gabungan antara pemanasan dengan penambahan asam.

Aktivasi kaolin dengan HCl 0,25 M membuat permukaan kaolin menjadi asam sehingga kapasitas adsorpsi kaolin tersebut menjadi lebih besar untuk menyerap ion besi. Penelitian yang dilakukan oleh Nurpiyenti (2013). Melaporkan bahwa lempung cengar teraktivasi  $H_2SO_4$  (0,2 ; 0,4 dan 0,6 mol) telah mampu meningkatkan nilai kapasitas tukar kation (KTK) secara bertahap dibandingkan lempung tanpa aktivasi yakni sebesar 295,14 mg/L (0,2 mol) ; 362,48 mg/L (0,4 mol ) dan 362,48 mg/L (0,6 mol ), Semakin tinggi konsentrasi mol  $H_2SO_4$  maka semakin besar nilai KTK yang didapatkan. Oleh karena itu dengan uraian diatas pada penelitan ini akan dilakukan aktivasi kaolin menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi HCl 2, 4 dan 6 M untuk mencari konsentrasi terbaik. Hasil aktivasi kemudian diaplikasikan sebagai adsorsen logam Pb pada limbah laboratorium kemudian kadar logam Pb dalam limbah sebelum dan sesudah adsorpsi ditentukan Berdasarkan kajian di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan kajian kemampuan adsorpsi lempung kaolin alam dari daerah

Gandusari. Lempung yang diperoleh dilakukan aktivasi kimia dengan menggunakan HCl untuk mengadsorpsi limbah logam timbal (Pb) yang kemudian dianalisa menggunakan AAS.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakteristik struktur dan kandungan unsur dari kaolin yang telah diaktivasi HCl dengan variasi konsentrasi 2, 4 dan 6 M ?
2. Berapakah kadar logam Pb pada limbah laboratorium sebelum dan sesudah diadsorpsi menggunakan kaolin yang teraktivasi HCl ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang harus dicapai pada penelitian ini adalah :

1. Mengetahui karakteristik struktur dan kandungan unsur dari kaolin yang diaktivasi HCl berkonsentrasi 2 M, 4 M dan 6 M.
2. Mengetahui kadar logam Pb pada limbah laboratorium sebelum dan sesudah diadsorpsi menggunakan kaolin yang teraktivasi HCl.

## 1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

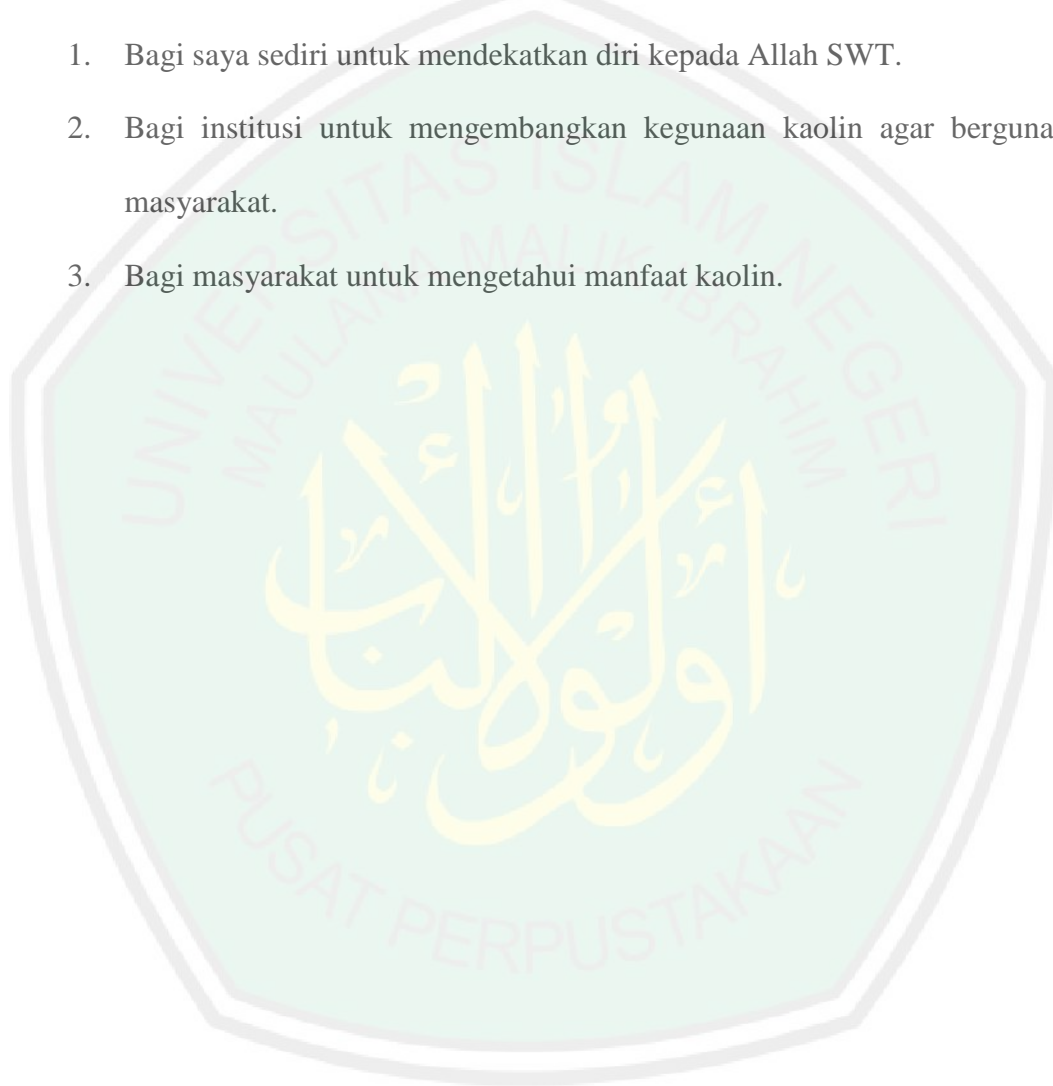
1. Kaolin yang digunakan berasal dari daerah Kecamatan Blitar Selatan.
2. Karakter struktur kaolin dianalisis dengan menggunakan XRD.
3. Kandungan unsur silika dan alumina dianalisis dengan menggunakan XRF.

4. Limbah logam diperoleh dari laboratorium jurusan kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat penelitian yang dilakukan adalah:

1. Bagi saya sendiri untuk mendekatkan diri kepada Allah SWT.
2. Bagi institusi untuk mengembangkan kegunaan kaolin agar berguna bagi masyarakat.
3. Bagi masyarakat untuk mengetahui manfaat kaolin.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Karakteristik Mineral Kaolin

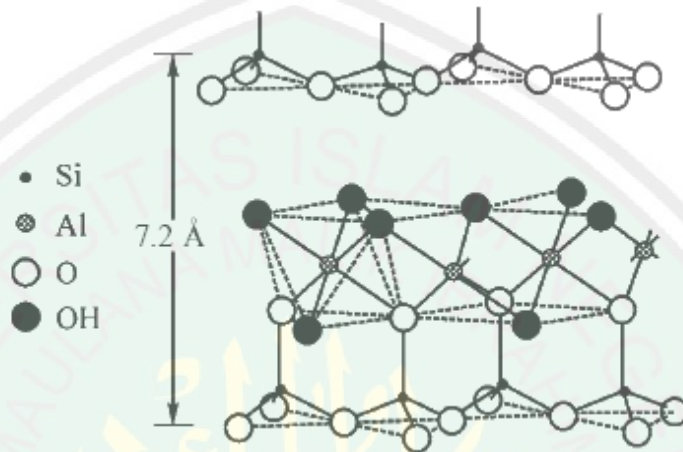
Kaolin adalah mineral yang terdapat pada batuan sedimen dikenal dengan nama batu lempung. Massa batuan kaolin yang tersusun dari material lempung berkualitas tinggi dengan komposisi kimia *hydrous aluminium silicate* ( $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) dan berwarna putih, abu-abu putih, kuning jingga, abu-abu atau kemerahan. Potensi dan cadangan kaolin yang besar di Indonesia terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, Pulau Bangka dan Belitung, serta potensi lainnya tersebar di Pulau Sumatera khususnya Sumatera Utara, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara (Distam, 2004).

Kaolin seringkali dirumuskan sebagai  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  mineral yang termasuk kelompok kaolin adalah kaolinit, nakrit, dan haloisit dengan mineral utamanya kaolinat, seringkali oksida-oksida seperti  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$  terdapat dalam kaolin sebagai zat pengotor. Komposisi kaolin murni adalah  $\text{SiO}_2$  46,54%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  39,5% dan  $\text{H}_2\text{O}$  13,96% (Utari, 1994).



Gambar 2.1 Kaolin dari daerah Blitar selatan (Darmawan, 2017).

Kaolin terdiri dari satu lembar lapisan aluminium oktahedral pada satu sisi dan satu lembar lapisan silika tetrahedral pada sisi yang lain. Kedua lapisan tersebut dihubungkan oleh atom oksigen melalui ikatan hidrogen antara silika-oksigen dan alumina oksigen (Supeno, 2007).



Gambar 2.2 Struktur kaolin

Bagian permukaan dari kristal kaolin mempunyai muatan negatif yang tetap. Muatan negatif tersebut disebabkan adanya substitusi isomorf  $\text{Si}^{4+}$  dan  $\text{Al}^{3+}$  pada lapisan silika. Muatan pada permukaan dan tepi-tepi alumina dapat menyebabkan terjadinya protonasi maupun deprotonasi dari gugus hidroksil bergantung pada pH larutan (Nandi, dkk. 2009).

Kaolin dapat ditentukan komposisi unsur material dengan menggunakan XRF. Analisa XRF menentukan kimiawi sampel dengan mengukur spektrum karakteristik sinar-X yang dipancarkan oleh unsur-unsur yang berbeda dalam sampel bila ditembak oleh sinar-X, karakterisasi menggunakan XRF di rangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin dari Blitar selatan.

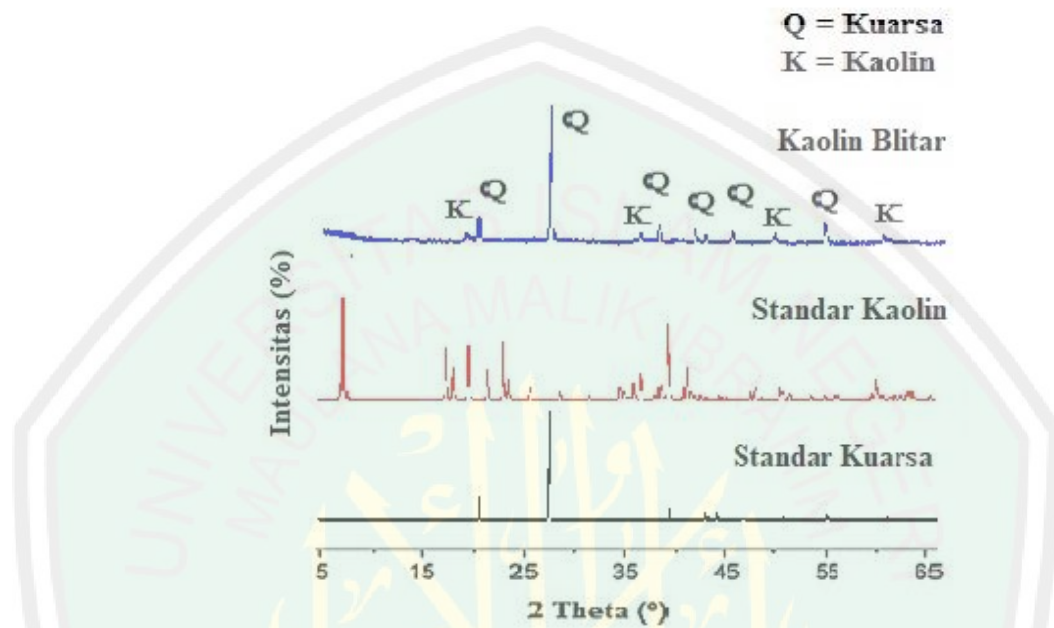
Unsur	Kandungan unsur %	
	Sebelum di cuci dengan HCl	Setelah di cuci dengan HCl
Al	12	8,8
Si	65,4	75,2
K	8	5,83
Ca	2,68	2,38
Ti	3,68	3,18
V	0,08	0,062
Mn	0,22	0,19
Fe	8,61	2,50
Ni	0,19	1,11
Cu	0,12	0,18

Sumber : (Darmawan, 2017)

Berdasarkan Tabel 2.1 unsur yang paling banyak terkandung di dalam kaolin adalah Si, diikuti dengan Al, dapat dikatakan bahwa kaolin alam dari daerah Blitar Selatan merupakan jenis kaolin yang kaya akan kandungan silikon. Kandungan silika meningkat setelah mengalami pencucian. Hal ini dikarenakan menurunnya persentase unsur lain dalam kaolin, sementara persentase aluminium mengalami penurunan karena mengalami dealuminasi.

Kandungan logam tembaga (Cu), dan nikel (Ni) di dalam kaolin mengalami peningkatan setelah dicuci dengan asam. Cu merupakan logam transisi yang paling stabil dan sulit larut dalam asam. Hal ini menyebabkan logam Cu yang ada pada kaolin tidak berkurang. Sebaliknya logam Cu di dalam kaolin malah bertambah dikarenakan berkurangnya persensi logam lain karena larut dalam asam. Kadar Ni, selain Cu di dalam kaolin juga meningkat setelah pencucian kaolin menggunakan asam. Secara teori logam Ni dalam bentuk oksida larut dalam asam. Diduga kuat kenaikan kadar logam Ni setelah pencucian dengan asam dikarenakan kontaminasi dari peralatan kimia yang digunakan. Kontaminasi

diduga kuat berasal dari spons yang digunakan. Selain kontaminasi dari peralatan yang digunakan, meningkatnya kadar Ni dalam kaolin diduga kuat berasal dari HCl yang digunakan. Asam klorida mengandung kurang dari 100 ppb logam Ni.



Gambar 2.3 Analisis XRD dari kaolin Blitar selatan (Cahyawati, 2017).

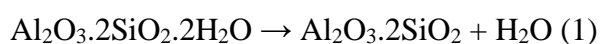
Gambar 2.3 dapat dilihat bahwa kaolin mengandung campuran beberapa mineral. Hal ini dapat terlihat dari puncak-puncak khas yang dimiliki oleh mineral-mineral tersebut. Mineral kaolinit memiliki puncak-puncak khas pada  $2\theta = 19,83; 35,18; 45,88; \text{ dan } 55,13^\circ$  dan kuarsa memiliki puncak-puncak khas yaitu pada  $2\theta = 20,93; 26,63; 36,58; 39,48; 42,50; \text{ dan } 50, 13^\circ$ . Intensitas puncak kuarsa yang tinggi menunjukkan bahwa kaolin Blitar termasuk kaolin dengan kualitas yang rendah (Cahyawati, 2017).

## 2.2 Aktivasi kaolin

Proses aktivasi merupakan proses yang terpenting karena sangat menentukan kualitas kaolin yang dihasilkan baik luas area permukaan maupun daya adsorpsinya. Luas permukaan berhubungan erat dengan aktivitas karena reaksi berlangsung dalam permukaan. Luas permukaan yang besar akan menyebabkan semakin banyak pula molekul-molekul zat pereaksi teradsorpsi pada permukaan sehingga aktivitasnya akan bertambah besar (Susana, 2006).

Cara aktivasi kaolin ada 3 cara menurut penelitian yang dilakukan Sari, dkk. (2016) diantaranya aktivasi fisika, aktivasi kimia dan aktivasi kimia-fisika, pada perlakuan aktivasi fisika disebut juga aktivasi termal. Pemanasan di atas temperatur 500 °C sampai 700 °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°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:



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 sangat memungkinkan terjadinya penyerapan ion-ion pada pemanfaatan kaolin sebagai adsorben.

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 ini juga di dukung oleh (Yanti., Dkk, 2015) menyatakan bahwa hasil identifikasi dan karakterisasi lempung alam Desa Gema teraktivasi fisika, dapat meningkatkan luas permukaan lempung. Dari hasil kalsinasi 500, 600, dan 700 °C, di peroleh pada suhu 500 °C = 24,2330 m<sup>2</sup>/g ; 600 °C = 40,3006 m<sup>2</sup>/g ; 700 °C = 47,5300 m<sup>2</sup>/g yang jauh lebih besar di bandingkan lempung tanpa di kalsinasi 17,0857 m<sup>2</sup>/g. Dari hasil penguian lempung yang terkalsinasi 700 °C memiliki kemampuan menyerap yang lebih besar terhadap methanil yellow dari pada yang tidak di aktivasi.

Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan menyisipkan ion atau molekul ke dalam *interlayer* yang dikenal dengan proses interkalasi. Aktivasi lempung secara kimia dapat juga dilakukan dengan menggunakan asam, basa, kation surfaktan dan polihidroksikation (Sunarso, 2007). Penelitian yang dilakukan Sari, dkk., (2016) untuk aktivasi kimia dengan menggunakan HCl 0,25 M bertujuan untuk membuat permukaan kaolin menjadi asam sehingga kapasitas adsorpsi kaolin tersebut menjadi lebih besar untuk menyerap ion besi. Senyawa

HCl merupakan senyawa yang cocok dan efektif untuk membuang zat-zat pengotor pada permukaan kaolin dan membuat permukaan kaolin tersebut menjadi asam, karena nilai konduktivitas pada kaolin akan meningkat dengan pengaruh suasana yang asam. Meskipun kaolin tanpa perlakuan mampu untuk adsorpsi, namun kemampuan adsorpsinya terbatas. Kelemahan tersebut dapat diatasi melalui proses aktivasi menggunakan asam (HCl) sehingga dihasilkan kaolin dengan kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi. Asam klorida merupakan asam yang memiliki bilangan ekuivalen  $H^+$  yang tinggi.

Aktivasi kaolin menggunakan asam akan menghasilkan kaolin dengan situs aktif lebih besar dan keasamaan permukaan yang lebih besar, sehingga akan dihasilkan kaolin dengan kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan sebelum diaktivasi. 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 0,04 mg/L sehingga diperoleh besarnya penurunan kadar Fe sebesar 97,28%.

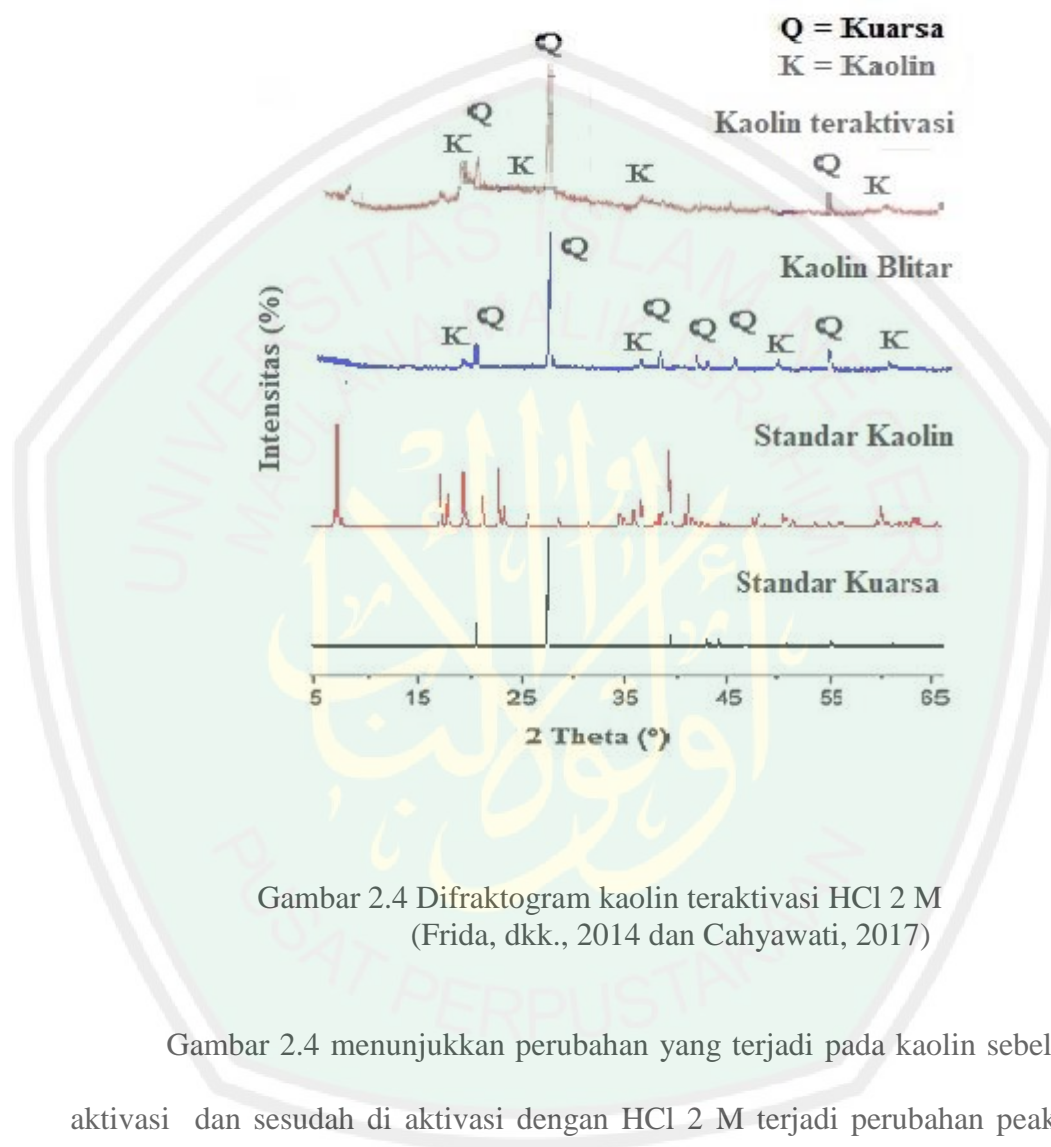
Penelitian ini juga di dukung oleh (Rahayuan. Dkk., 2015) menyatakan bahwa semakin kecil ukuran serbuk tanah liat atau lempung daya serap terhadap bilangan peroksida semakin besar. Persentase penurunan pada ukuran A1 (ayakan kopi), A2 (60 mesh) dan A3 (100 mesh) tanpa aktivasi atau pada konsentrasi 0 M berturut-turut adalah 36,84, 39,48 dan 44,77 %. Daya serap tanah liat pada semua ukuran serbuk setelah aktivasi meningkat dibandingkan dengan tanah liat yang belum diaktivasi. Konsentrasi optimum diperoleh pada konsentrasi HCl 1 M dengan persentase penurunan bilangan peroksida untuk ukuran A3 (100 mesh) sebesar 63,16 %.

Penambahan HCl ini akan menurunkan kadar  $\text{Ca}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Na}^+$  yang merupakan unsur-unsur pengganggu yang terikat pada permukaan kaolin yang berfungsi sebagai bahan penukar kation. Dengan menurunnya kadar  $\text{Ca}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Na}^+$  dalam kaolin tersebut maka akan terdapat banyak ruang kosong pada permukaan kaolin sehingga saat proses adsorpsi berlangsung ion besi yang terdapat di dalam air sumur garuda dapat diserap dengan sangat optimum.

Aktivasi kimia-fisika dimana kaolin ditambahkan dengan HCl 0,25 M yang bertujuan untuk membersihkan pori, membuang senyawa mengganggu dan menata kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Kemudian untuk lebih memperbesar permukaan pori-pori kaolin tersebut dilakukan lagi aktivasi fisika untuk menguapkan kandungan air sehingga memungkinkan pertukaran ion dan penyerapan senyawa kimia. Hal ini terbukti dengan berubahnya nilai Fe yang terkandung dalam sumur Garuda yang semula memiliki kadar Fe sebesar 1,47mg/L turun menjadi 0,63 mg/L sehingga diperoleh besarnya penurunan kadar Fe sebesar 57,14 % (Sari, dkk., 2016). Penelitian ini juga di dukung oleh (Sinta, dkk., 2015) yang menyatakan lempung yang teraktivasi secara kimia dengan asam sulfat 2 M dan fisika dengan pemanasan 300 °C adalah dengan waktu kontak 15 menit, pH 3, dan konsentrasi 70 ppm dengan kapasitas adsorpsi sebesar 3,039 mg/g serta mengikuti pola isothermis Langmuir dengan nilai  $R^2$  sebesar 0,9981.

Pola difraksi sinar-X dari kaolin alam yang dimurnikan dengan HCl dan di aktivasi pada suhu 600°C dalam waktu 2 jam, diuji dengan XRD dan memberi hasil puncak-puncak intensitas hamburan sinar-X untuk sudut tertentu dan memberi banyak antar bidang hamburan dan fasa kristal yang dapat dilihat dari

gambar pola-pola difraksi, Gambar 2.4 didapatkan hasil XRD yang sudah diaktivasi dengan HCl.



Gambar 2.4 Difraktogram kaolin teraktivasi HCl 2 M (Frida, dkk., 2014 dan Cahyawati, 2017)

Gambar 2.4 menunjukkan perubahan yang terjadi pada kaolin sebelum di aktivasi dan sesudah di aktivasi dengan HCl 2 M terjadi perubahan peak-peak pada kuarsa pada  $2\theta = 26^\circ$  yang menjadi lebih tinggi di bandingkan sebelum di aktivasi pola difraksi sinar-X antara intensitas terhadap sudut  $2\theta$ , dari gambar terlihat pola unsur kaolin alam modifikasi (aktivasi kimia dan fisika) analisa alat X-Ray *diffraction* (XRD) dimaksudkan untuk mengetahui fase dan struktur kristal, serta kristanilitas hasil identifikasi komposisi yang dominan pada kaolin

adalah  $\text{SiO}_2$  (*silicon oxed*), kandungan  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5 (\text{OH})_4$  dengan mineral kaolinite. Hal ini juga sesuai dengan penelitian (sukamta, 2009) bahwa kaolin terdiri atas oksida alumina dan oksida silica pada gambar terlihat pola difraksi berbentuk seperti amorf, hal ini karena pada serbuk yang menjadi halus, kristalinitas menurun, dimana tingkat keteraturannya menjadi lebih kecil dan terjadi tumbukan difraksi yang lebih banyak pada kristal.

### 2.3 Limbah Logam Berat

Logam berat adalah unsur kimia dengan bobot jenis lebih besar dari 5 g/mL dan biasanya bernomor masa 22 sampai 92, periode 4 sampai 7 (Adli, 2012). Toksisitas logam berat dapat dikategorikan menjadi tiga kategori menurut WHO, yaitu toksisitas tinggi, toksisitas sedang dan toksisitas rendah (WHO, 2010).

- A. Toksisitas tinggi meliputi Hg, Cd, Pb, Cu, dan Zn.
- B. Toksisitas sedang meliputi Cr, Ni, dan Co
- C. Toksisitas rendah meliputi Mn dan Fe

Kontaminasi air limbah yang terjadi memiliki parameter yang beragam. Dalam hal toksisitas, kontaminan berupa logam berat memiliki toksisitas yang paling tinggi yang dapat menyebabkan metabolisme makhluk hidup terganggu dan masuk terakumulasi dalam rantai makanan. Kadar logam dalam tubuh harus mendapat perhatian yang lebih karena mengingat toksisitasnya yang paling tinggi tingkatannya. Kadar logam berat yang berlebihan dapat menyebabkan difungsi pada metabolisme dan menyebabkan keracunan. Hal ini bahkan dapat

menyebabkan kematian bagi manusia dan sulit menanganinya jika terjadi dalam dosis yang sangat tinggi (Adli, 2012).

Logam berat yang banyak terkandung didalam limbah logam laboratorium jurusan Kimia UIN Malang salah satunya adalah logam Timbal (Pb). Logam timbal yang terkandung dalam limbah berasal dari penelitian yang dilakukan oleh mahasiswa dan dosen. Mahasiswa dan dosen yang menganalisis kadar logam timbal dari suatu sampel menggunakan AAS menggunakan larutan standar timbal untuk membuat kurva standar. Selain itu banyak kegiatan laboratorium lain yang menggunakan logam timbal sebagai objek. Hal tersebutlah yang menyebabkan logam timbal (Pb) terkandung dalam limbah logam laboratorium UIN Malang (Yulianty,dkk., 2015).

#### **2.4 Adsorpsi 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<sup>3</sup>, titik leleh 327,46 °C, dan titik didih 1749 °C. Timbal banyak terdapat di alam dengan membentuk persenyawaan. Terdapat tiga persenyawaan timbal yang paling banyak ditemukan di alam, yaitu galena (PbS), anglesite (PbSO<sub>4</sub>), dan cerrusite (PbCO<sub>3</sub>). Selain dalam ketiga persenyawaan tersebut, 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 massif, dan organ absorpsi atau *portal of entry* memungkinkan masuk ke peredaran darah dengan cepat. Toksisitas kronis tergantung pada dosis yang tidak tinggi tetapi paparan yang menahun, gejala tidak mendadak dan organ dapat seluruhnya terkena (Soemirat, 2005).

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 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.

Adsorpsi adalah proses penyerapan satu atau lebih komponen (adsorbat) dari fasa gas atau fasa cair oleh permukaan pori-pori zat padat (adsorben) (Rousseau, 1998). Adsorpsi merupakan peristiwa terakumulasinya partikel pada suatu permukaan. Zat yang diadsorpsi teradsorpsi (adsorbat) dan zat yang mengadsorpsi disebut adsorben. Adsorben pada umumnya adalah zat padat yang berongga, contohnya lempung, zeolit dan arang aktif (Atkins, 1994).

Mekanisme adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua yaitu, adsorpsi secara fisika (fisorpsi) dan adsorpsi secara kimia (kimisorpsi). Pada proses fisorpsi gaya yang mengikat adsorbat oleh adsorben adalah gaya-gaya Van der Waals. Molekul terikat sangat lemah dan energi yang dilepaskan pada adsorpsi fisika relatif rendah yaitu sekitar 20 kJ/mol. Pada proses kimisorpsi, interaksi adsorbat

dengan adsorben melalui pembentukan ikatan kimia. Kimisorpsi terjadi diawali dengan adsorpsi fisik, yaitu partikel-partikel adsorbat mendekat ke permukaan adsorben melalui gaya Van der Waals atau melalui ikatan hidrogen, diikuti oleh adsorpsi kimia yang terjadi setelah adsorpsi fisika. Pada adsorpsi kimia, partikel melekat pada permukaan dengan membentuk ikatan kimia (biasanya ikatan kovalen) dan cenderung mencari tempat yang memaksimalkan bilangan koordinasi dengan substrat (Atkins 1999).

Penelitian yang dilakukan Suarya (2012) melaporkan bahwa Adanya aktivasi asam dan pembentukan komposit aluminium oksida pada lempung mengakibatkan terjadinya peningkatan keasaman permukaan dan luas permukaan spesifik adsorben. Penelitian ini didukung Sari (2016) melaporkan bahwa Pengaktivasian kaolin ini untuk menghasilkan adsorben yang mampu menyerap ion besi (Fe) secara optimum. Dari penelitian ini, aktivasi yang optimum diperoleh untuk kaolin dalam mengadsorpsi Fe adalah aktivasi kimia.

Adsorben kaolin yang teraktivasi kimia mempunyai daya adsorpsi yang besar terhadap ion Fe yaitu menghasilkan penurunan kandungan ion besi (Fe) menjadi sebesar 0,04 mg/L dan juga penelitian Muhdarina, dkk. (2010) Lempung Cengar dapat mengadsorpsi kation Co(II) dalam larutan air dan kapasitas adsorpsinya meningkat setelah lempung diimpregnasi dengan ammonium asetat dan ammonium klorida. Kapasitas adsorpsi juga meningkat dengan waktu kontak dan menurun dengan temperatur. Interaksi kation Co(II) - lempung Cengar mengikuti mekanisme kinetika order-kedua pseudo. Pemenuhan terhadap model ini menandakan adsorpsi Co(II) terjadi secara kemisorpsi di permukaan lempung

Cengar, ini sesuai dengan nilai energi aktivasi. Pengujian dengan model Elovich didapatkan permukaan lempung Cengar sangat heterogen.

## **2.5 Penentuan Logam Berat Secara Spektrofotometri Serapan Atom**

Spektrofotometri serapan atom (SSA) merupakan suatu metode dari spektrofotometri serapan yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini menggunakan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam dalam sampel. Nyala pada pengujian sampel menggunakan SSA dapat bersumber dari berbagai jenis gas bakar dan gas pengoksidanya, salah satunya antara asetilen dengan udara yang mampu menganalisis sekitar 35 unsur dengan suhu 2300 °C (Hendaya, 2011).

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 °C. Suhu pembakaran yang digunakan harus melebihi titik didih logam timbal (Pb) yaitu 1749 °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 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 destruksi basah terbuka dengan menambahkan 1.5 mL asam nitrat terhadap 2 gram sampel ikan. Kemudian filtrate dipanaskan sampai larutan berubah warna menjadi bening atau kuning bening (tergantung warna awal dari sampel), kemudian disaring dan dianalisis dengan menggunakan AAS. Selain itu Wasito (2008), juga menggunakan metode destruksi basah terbuka untuk mengetahui kandungan logam berat dalam limbah percetakan menggunakan AAS. Hasil analisa kaolin dalam mengadsorpsi limbah logam dapat di lihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Hasil analisa adsorpsi limbah logam dengan kaolin menggunakan AAS.

Logam	Sebelum diserap (ppm)	Adsorben kaolin (ppm)
Cu	22,76	8,27
Fe	49,32	22,89
Pb	17,87	13,85

Sumber : (Darmawan, 2017).

Kadar Cu, Fe, dan Pb mengalami penurunan setelah adsorpsi menggunakan kaolin tanpa proses aktivasi. 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).

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – Juni 2017 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 stirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven, botol akuades, pH universal, seperangkat alat penyaring vakum, *X-Ray Diffraction* (Phillip tipe X'Pert MPD), *X-Ray Fluorocence* (Panalytical tipe minipal 4), *Atomic Absorption Spectroscopy* (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 dan asam nitrat ( $\text{HNO}_3 p.a$ ),  $\text{PbNO}_3$ .

### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi sampel
2. Karakterisasi kaolin menggunakan XRF dan XRD
3. Aktivasi kimia dengan variasi konsentrasi HCl
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 50 gram dan dicuci dengan akuades 250 mL untuk menghilangkan tanah yang menutupi permukaan kaolin, kemudian kaolin yang sudah dicuci disaring. Selanjutnya kaolin dipanaskan dalam oven dengan suhu 120°C selama 3 jam sampai kering, kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh (Suarya, 2008), kemudian kaolin dianalisa menggunakan XRF dan XRD.

#### 3.4.2 Aktivasi Secara Kimia

Lempung yang telah dipreparasi kemudian ditimbang sebanyak 50 gr dan dimasukkan ke dalam 3 buah erlenmeyer 250 mL. Lempung tersebut kemudian ditambahkan 100 mL HCl dengan konsentrasi 2, 4 dan 6 M sambil diaduk selama

5 jam dengan menggunakan pengaduk magnet (Akar, dkk., 2009). Campuran selanjutnya disaring dan dicuci dengan air panas (60-70 °C) kemudian ditambahkan  $\text{AgNO}_3$  dengan konsentrasi 0,1 M tetes pertetes pada filtrat hasil pencucian, sampai terbebas dari ion klorida yang ditandai dengan tidak terbentuknya endapan putih  $\text{AgCl}$  (Suarya, 2008).

### **3.5 Karakterisasi Kaolin**

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

Karakterisasi kaolin dengan menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF) bertujuan untuk mengetahui unsur yang terkandung didalam kaolin. Sebanyak 5 mg kaolin ditempatkan dalam sampel *holder* dan ditembak 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  $\text{Cu K}\alpha$  sebesar 1,541 Å dengan sudut  $2\theta$  sebesar  $5 - 60^\circ$  dan kecepatan scan  $0,02^\circ / \text{detik}$ .

### **3.6 Persiapan Sampel Limbah Cair Laboratorium**

Diambil limbah logam berat cair dari laboratorium sebanyak 2 L dimasukkan dalam beaker gelas, kemudian dihomogenkan. Lalu, dipisahkan antara endapan dan filtrat dengan cara disaring. Selanjutnya, filtrat didestruksi dengan menggunakan cara pada sub bab 3.7.1 kemudian dianalisis dengan AAS

(*Atomic Absorption Spectroscopy*) untuk mengetahui konsentrasi mula-mula kadar timbal (Pb) pada limbah logam laboratorium.

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

Sebanyak 50 mL limbah logam cair laboratorium yang telah dipreparasi diinteraksikan menggunakan adsorben kaolin dengan perbandingan adsorben: limbah logam (b/v) yaitu 1 : 25 . Kemudian di-shaker pada kecepatan 250 rpm dengan waktu kontak selama 90 menit (Ismail, dkk. 2013). Setelah itu disaring dan filtrat yang dihasilkan diukur kadar logamnya dengan *Atomic Adsorption Spectroscopy* (AAS). Sampel yang akan dianalisis didestruksi terlebih dahulu menggunakan HNO<sub>3</sub> p.a

#### **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<sub>3</sub> p.a untuk mendestruksi logam. Selanjutnya, larutan sampel dipanaskan pada temperatur 60-70 °C selama 3 jam sambil di *reflux* 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<sub>3</sub> p.a 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<sub>3</sub>)<sub>x</sub>) 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; 2,0; 4,0; dan 5,0 mg/L dengan menggunakan AAS. Larutan standar dibuat dengan cara memindahkan 10; 20; 40; dan 50 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

### **3.9 Analisis Data**

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

Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Puncak yang muncul pada difraktogram tersebut menunjukkan unsur yang terkandung dalam kaolin. Tinggi puncak menunjukkan banyaknya unsur tertentu yang terkandung di dalam kaolin. Untuk mempermudah pemahaman data hasil difraktogram dari analisis 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 mineral kaolin.

### **3.10 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) 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

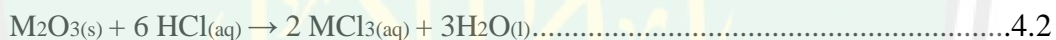
gelombang pada 324,8 nm, laju alir asetilen pada 2,5 L/menit, laju alir udara pada 13,5 L/menit, lebar celah pada 0,5 mm, kuat arus HCl 5,0  $\mu$ A, tinggi burner 12 mm (Khopkar, 1990).



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakteristik Unsur Kaolin Blitar

Komponen kaolin alam mengandung unsur utama berupa silikon (Si) dan aluminium (Al) sebagai penyusun kerangka kaolin. Kaolin alam dikenal mengandung banyak pengotor berupa mineral lain dan logam-logam oksida, adapun preparasi sampel kaolin alam harus dicuci dahulu dengan akuades. Aktivasi kaolin menggunakan asam klorida (HCl) 1 M perbandingan kaolin/HCl 1:4 (*b/v*). Reaksi umum saat pelarutan pengotor logam menggunakan HCl disajikan pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Keterangan: M = Logam

Sisa anion  $Cl^-$  pada kaolin dihilangkan dengan pencucian menggunakan aquades. Keberadaan anion  $Cl^-$  dengan cara menambahkan larutan perak nitrat ( $AgNO_3$ ) pada filtrat hasil pencucian agar dapat diketahui keberadaannya berupa endapan putih  $AgCl$ . Selanjutnya, anion klorida dicuci hingga pH 7 (netral) agar anion klorida sisa proses pencucian tidak mengganggu proses aktivasi kaolin (Suarya, 2008).

#### 4.2 Karakteristik Unsur Pada Kaolin Tanpa aktivasi dan Teraktivasi Secara Kimia 2, 4, dan 6 M (Aktivasi HCl) dengan X-Ray Fluorescence (XRF).

Karakterisasi kaolin tanpa aktivasi dan kaolin teraktivasi kimia dengan variasi konsentrasi HCl 2, 4, dan 6 M dengan XRF digunakan untuk memperkuat hasil analisa karakterisasi XRD. Karakterisasi sampel kaolin dengan XRF bertujuan untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam sampel. Hasil karakterisasi XRF disajikan dalam bentuk persentase masing-masing unsur. Adapun hasil karakterisasi dengan XRF di rangkum pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi Kaolin sebelum dan sesudah aktivasi HCl dengan XRF.

Unsur	Kaolin Tanpa Aktivasi Konsentrasi (%)	Kaolin Aktivasi HCl 2 M Konsentrasi (%)	Kaolin Aktivasi HCl 4 M Konsentrasi (%)	Kaolin Aktivasi HCl 6 M Konsentrasi (%)
Al	7,2	8,6	-	-
Si	40	58,1	60,8	62,1
K	4,05	5,21	6,08	6,37
Ca	29	6,37	6,55	5,76
Ti	1,3	1,42	1,86	1,87
V	0,05	0,058	0,071	0,08
Cr	0,06	0,073	0,075	0,16
Mn	1,82	1,69	0,35	0,3
Fe	15,1	17,2	22,5	21,7
Ni	0,03	0,04	0,04	0,093
Cu	0,11	0,13	0,16	0,15
Zn	0,01	0,05	0,05	0,13
Sr	0,68	0,57	0,66	0,8
Eu	0,2	0,2	0,3	0,3
Yb	0,06	0,08	0,01	0,1
Re	0,2	0,2	0,3	0,2
Ba	0,1	-	0,05	-

Hasil karakterisasi dengan XRF pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pada kaolin dengan aktivasi HCl 2 M unsur Al dan Si mengalami peningkatan, sedangkan unsur golongan transisi tidak mengalami penurunan dengan adanya aktivasi HCl 2 M. Seiring dengan berkurangnya logam pengotor yang lain, unsur yang mengalami penurunan dengan aktivasi HCl 2 M adalah golongan alkali tanah yaitu : Ca, Sr dan Ba.

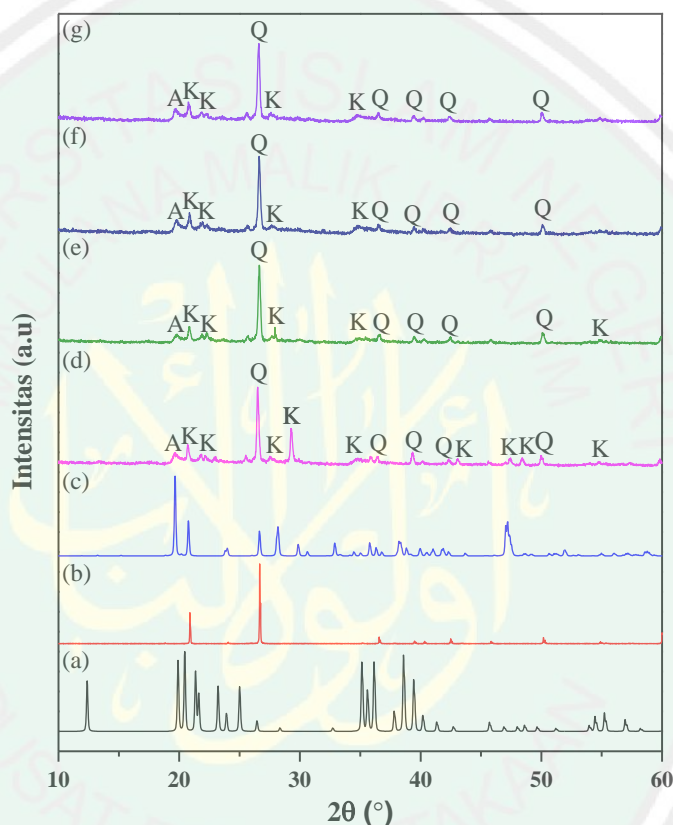
Pada aktivasi HCl 4 M, unsur Si mengalami peningkatan. Hal ini disebabkan unsur Si tidak larut dalam asam. Sedangkan unsur Al larut dalam HCl 4 M, unsur golongan alkali tanah mengalami penurunan dan unsur golongan transisi tetap tidak berkurang dengan aktivasi HCl 4 M, kecuali logam Mn.

Pada proses aktivasi dengan konsentrasi HCl yang semakin tinggi yaitu 6 M, unsur Si semakin mengalami peningkatan persentase. Unsur golongan transisi yang semula pada aktivasi HCl 2 dan 4 M tidak berkurang, maka pada aktivasi HCl 6 M mulai mengalami penurunan persentase yaitu unsur Mn, Fe, dan Cu. Semakin tinggi konsentrasi HCl, maka semakin berkurang kandungan logam pengotor terutama logam golongan transisi. Akan tetapi unsur Al yang harusnya ada pada mineral kaolin, larut dalam HCl konsentrasi 4 dan 6 M.

#### **4.3 Karakteristik Struktur Kaolin Tanpa aktivasi dan Teraktivasi Secara Kimia 2, 4, dan 6 M (Aktivasi HCl) dengan X-Ray Diffraction (XRD).**

Berdasarkan difraktogram Gambar 4.1 menunjukkan bahwa keseluruhan sampel memiliki puncak difraksi pada sudut  $2\theta$  yang tidak berbeda secara signifikan. Puncak spesifik kaolin muncul pada difraktogram di daerah  $2\theta = 20,86; 22,00; 27,50; 35,4; 45,64; 47,48; \text{ dan } 48,37^\circ$  (ICSD). Namun demikian, terdapat puncak pada sudut  $2\theta = 29,64^\circ$  yang hanya muncul pada kaolin tanpa

aktivasi (d) dan tidak muncul pada sampel kaolin teraktivasi (e), (f), dan (g). Terdapat pula puncak pada sudut  $2\theta = 54,84^\circ$  yang hanya muncul pada sampel (d) dan (e). kemudian puncak spesifik kuarsa muncul pada difraktogram di daerah  $2\theta = 26,70; 37,15; 39,50; 42,48$  dan  $50,31^\circ$  (RUFF) dengan intensitas yang berbeda pada masing-masing sampel.



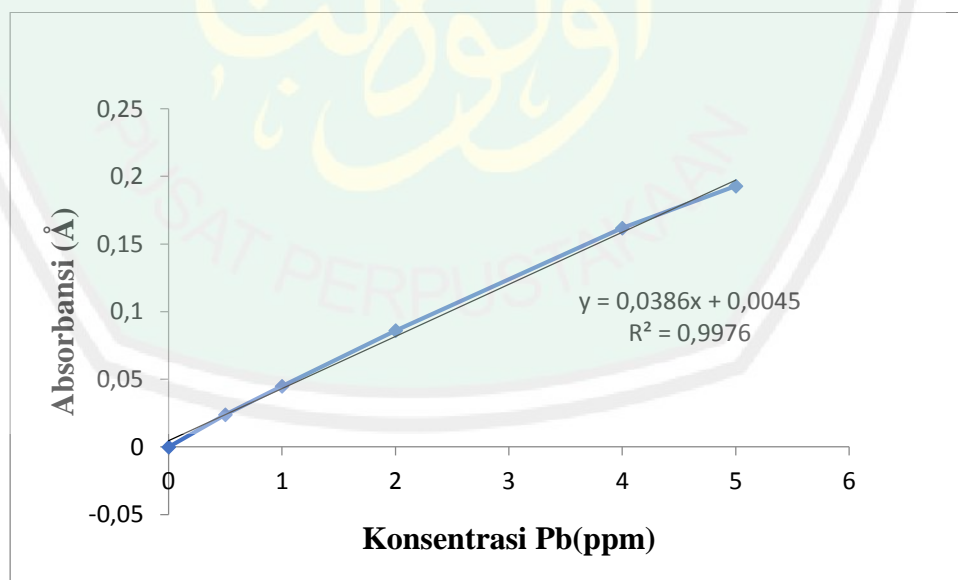
Gambar 4.1 Difraktogram XRD (a) standar kaolin (JCPDS 12-0447); (b) standart kuarsa (RRUFF); (c) standar aluminium silika oksida (JCPDS 74-1976) (d) kaolin tanpa aktivasi; (e) kaolin aktivasi HCl 2 M; (f) kaolin aktivasi HCl 4 M; (g) kaolin aktivasi kaolin aktivasi HCl 6 M; **Q** (Kuarsa), **K** (Kaolin), dan **A** (Aluminium Silika Oksida).

Pada Gambar 4.1 (d), kaolin alam dari Blitar mengandung pengotor kuarsa yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa kaolin Blitar termasuk mineral yang *low grade*. Selain adanya puncak kuarsa terdapat puncak lain pada  $2\theta$ : 19,98 dari kaolin sebelum diaktivasi sampai dengan kaolin di aktivasi dengan HCl 2, 4 dan 6

M yang merupakan puncak dari aluminium silika oksida sesuai standar (JCPDS 74-1976). Aktivasi kaolin dengan HCl 2 M (Gambar 4.1) mengakibatkan beberapa puncak kaolin hilang yaitu pada  $2\theta$ : 29,9240; 42,4673; 45,8478 dan 54,8712°. Semakin tinggi konsentrasi HCl untuk aktivasi kaolin, semakin banyak puncak kaolin yang hilang. Sedangkan puncak kuarsa tetap pada setiap konsentrasi HCl. Hal ini sesuai dengan hasil XRF dimana pada konsentrasi 4 dan 6 M kehilangan unsur Al.

#### 4.4 Uji Adsorpsi Logam Pb oleh Kaolin Tanpa Aktivasi, Teraktivasi HCl 2, 4 dan 6 M

Limbah logam Pb yang akan diadsorpsi terlebih dahulu ditentukan kadarnya dengan instrumen AAS, dengan persamaan kurva standar  $Abs = 0,03857 \cdot c + 0,00452$ .



Gambar 4.2 kurva standar Pb

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.

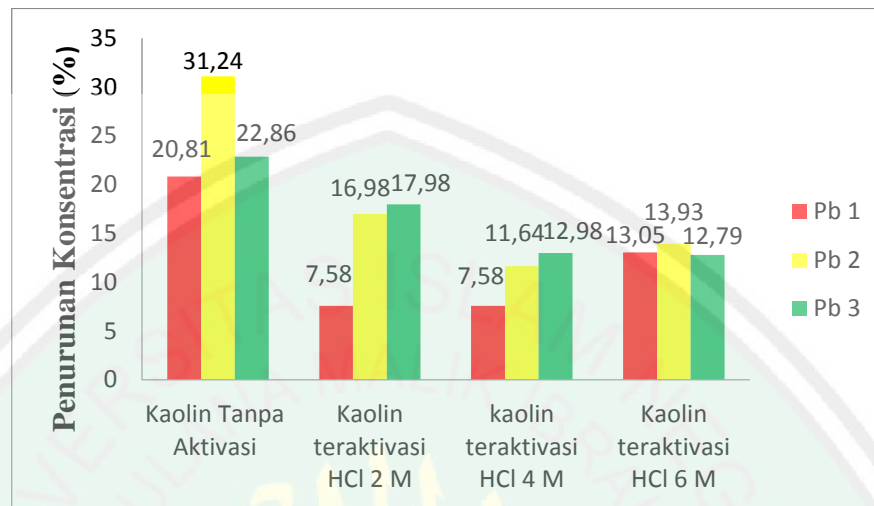
Hasil adsorpsi limbah laboratorium secara kualitatif terlihat perubahan warna cokelat menjadi kuning jernih. Filtrat hasil adsorpsi kemudian didestruksi menggunakan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) selama 3 jam dalam refluks untuk merubah persenyawaan logam Pb menjadi senyawa yang lebih sederhana sehingga dapat 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	Sebelum diserap (ppm)	Kaolin Tanpa Aktivasi (ppm)	kaolin teraktivasi HCl 2 M (ppm)	kaolin teraktivasi HCl 4 M (ppm)	kaolin teraktivasi HCl 6 M (ppm)
Pengulangan 1	5,14	4,07	4,75	4,76	4,47
Pengulangan 2	5,24	3,603	4,35	4,63	4,51
Pengulangan 3	5,16	3,98	4,28	4,49	4,5

Berdasarkan data analisa kadar logam Pb pada Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa kadar logam Pb pada limbah cair laboratorium mengalami penurunan konsentrasi setelah proses adsorpsi kaolin. 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 untuk mengetahui persentase penurunan konsentrasi limbah logam Pb. Adapun hasil perhitungan disajikan dalam bentuk grafik pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Persentase penurunan konsentrasi logam Pb oleh kaolin tanpa aktivasi dan kaolin teraktivasi HCl 2, 4 dan 6 M.

Berdasarkan Gambar 4.3 kadar logam Pb pada limbah cair laboratorium mengalami penurunan setelah diadsorpsi menggunakan kaolin, penurunan konsentrasi kandungan logam Pb pada limbah paling banyak terlihat pada kaolin tanpa aktivasi, sedangkan pada kaolin aktivasi HCl 2, 4 dan 6 M mengalami penurunan konsentrasi Pb lebih kecil. Hal ini sesuai dengan hasil XRD bahwa pada aktivasi HCl 2 M ada beberapa puncak kaolin yang hilang, artinya mineral kaolin berkurang sedangkan mineral kuarsa sebagai pengotor dan tidak reaktif tetap, sehingga kemungkinan kemampuan adsorpsi berkurang.

Begitu juga pada aktivasi HCl 4 dan 6 M, hasil adsorpsi Pb lebih sedikit dibandingkan kaolin tanpa aktivasi dan kaolin teraktivasi HCl 2 M. Hal ini juga sesuai dengan hasil XRD semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan untuk aktivasi, semakin banyak puncak kaolin yang hilang, sehingga adsorpsi Pb

semakin menurun. Selain itu, dari hasil XRF, pada kaolin teraktivasi HCl 4 dan 6 M mengalami kehilangan unsur Al yang merupakan unsur pembangun atau dasar dari kaolin.

Kekayaan bahan mineral merupakan salah satu bukti tanda kebesaran Allah selain penciptaan manusia, tumbuh-tumbuhan, langit, dan bumi. Hal ini sebagaimana firman Allah dalam Surat Fathir ayat 27 yang berbunyi:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُّخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَحُمْرٌ مُّخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا  
وَعَرَابِيٌّ سُودٌ ﴿٢٧﴾

Artinya: *“Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada (pula) yang hitam pekat”* (QS. Fathir: 27).

Salah satu mineral yang memiliki banyak manfaat adalah kaolin, karena kaolin sendiri mampu menyerap logam limbah, ataupun bisa di sintesis menjadi berbagai macam produk yang sangat bermanfaat bagi manusia. Masyarakat belum mengenal tentang kaolin beserta manfaatnya. Pemanfaatan segala sesuatu yang ada di bumi tidak lain hanyalah semata-mata untuk mendekatkan diri kepada Allah SWT

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

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

1. Kaolin alam dari Blitar mengandung pengotor kuarsa yang tinggi. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa keseluruhan sampel memiliki puncak kaolin dan kuarsa. Berdasarkan data XRF menunjukkan bahwa kaolin alam dari blitar mengandung banyak pengotor seperti Ca dan Fe.
2. Berdasarkan data kandungan logam Pb pada limbah laboratorium kimia UIN MALIKI MALANG sebelum diadsorpsi mempunyai konsentrasi sebesar 5,24%, setelah diadsorpsi dengan kaolin tanpa aktivasi mengalami penurunan sebesar 31,24%, aktivasi HCl 2 M sebesar 16,98%, aktivai HCl 4 M sebesar 11,64% dan aktivasi HCl 6 M sebesar 13,93%.

#### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan penelitian lagi tentang aktivasi kaolin dengan variasi konsentrasi HCl untuk mengetahui adsorpsi kaolin yang lebih maksimal.

## DAFTAR PUSTAKA

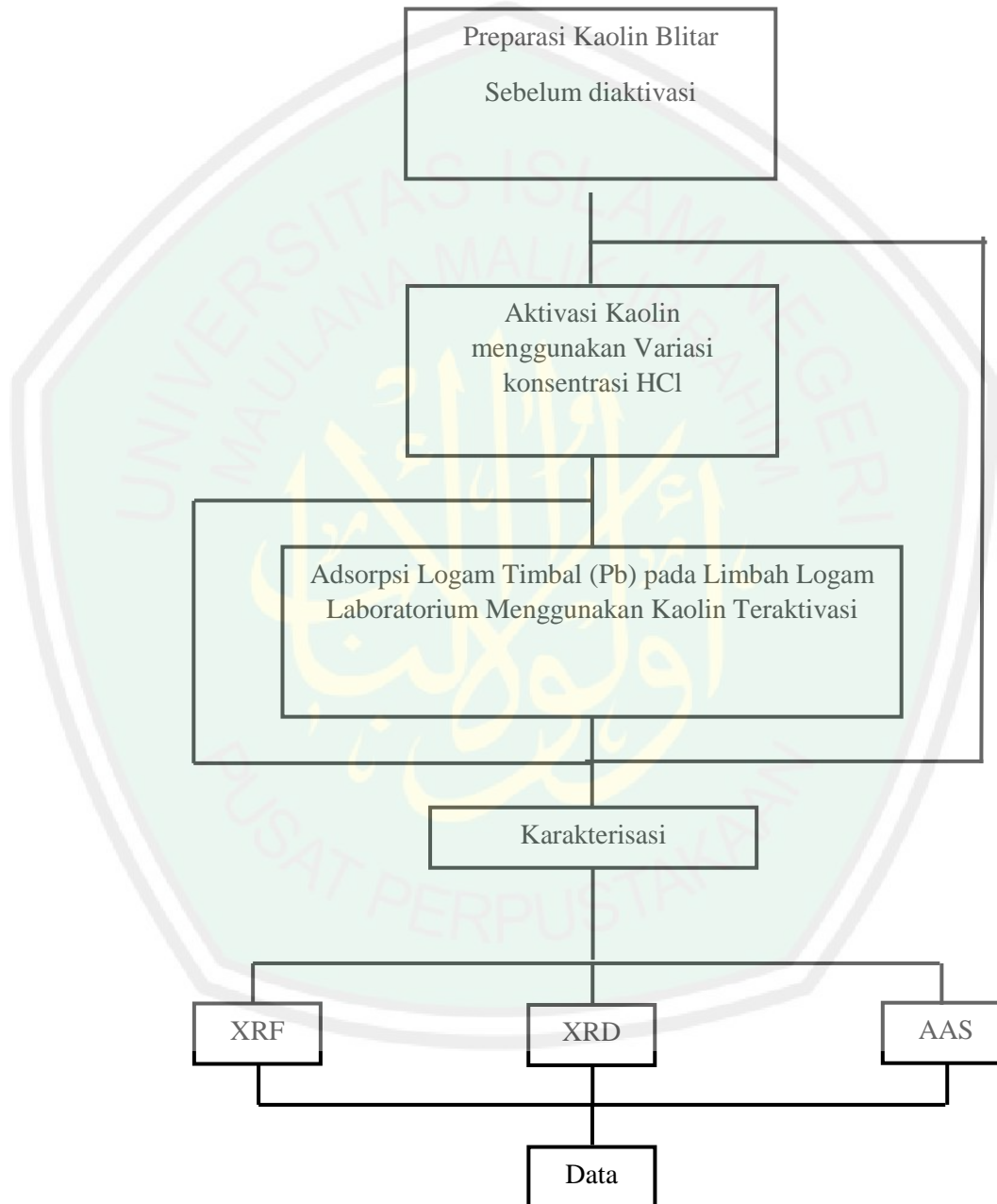
- Adli, H. 2012. Pengolahan Limbah Cair Laboratorium dengan Metode Presipitasi dan Adsorpsi untuk penurunan Kadar Logam Berat. *Skripsi Depok* : Fakultas MIPA Universitas Indonesia.
- Atkins, P. W., 1999, *Kimia Fisika*, (diterjemahkan oleh : Kartahadiprojob Irma I), edisi ke-2, Erlangga, Jakarta.
- Atkins, P. W. 1994. *Kimia Fisika Jilid 1*. Erlangga. Jakarta.
- Alfian, Z. 2007. Pengaruh pH and Penambahan Asam Terhadap Penentuan Kadar Unsur Krom dengan Menggunakan Metode Spektrofotometer Serapan Atom. *Journal of Chemical Science*. (1): 37-44
- Bakri, 2008. Komponen kimia dan Fisika Abu Sekam Padi Sebagai SCM untuk Pembuatan Komposit Semen, *Jurnal Perennial*, 5(1):9-14.
- Cahyawati. M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY dari Kaolin dengan Variasi Kristalisasi menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi S-1*. Jurusan Kimia UIN Malang. Malang.
- 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*. (95): 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.
- Ekosse, G. E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry X-ray Powder Diffractometry as Complementry Technique in Characterizing Clay Size Fraction of Kaolin. *Jouurnal Appl Sci Envi Mgt*. (19):43-448.
- Hendaya, S. 2001. *Kimia Analitik Instrumen edisi kesatu*.
- Hamka. 2006, *Di Bawah Lindungan Ka'bah*. Jakarta. Bulan Bintang.
- Ismail, M. A., Eltayeb, M. A., and Abdel, Mage M.A. 2013. Elimination of Heavy Metals from Aquesous solution Using Zeolit LTA Synthesis From Suandese Clay. *Joulnal of Science*. International Science Conrass Association. (5): 93-98.
- Kleppe &, McKelvey VE, 1976. *Principles of the mineral resource classification system of the U.S. Bureau of Mines and U.S. Feologicaln Survey*, Washington. D.C.

- Kohar I., Poppy H., dan Imelda. 2005. Study Kandungan Logam Pb Dalam Tanaman Kangkung Umur 3 dan 6 Minggu Yang Di Tanam Di Media Yang Mengandung Pb. *Makarya, Sains*, (9): 56-59.
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.
- Landeros, C. R., Diaz, C., Bilyeu, B., Guerrero, V ., dan Nunez, U. 2013. A *Review on Cr (IV) Adsorption Using Inorganic Materials*. 4: 8-16.
- Murtin 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.
- Nandi S., Anbazhagan R., Kumar M., Chauhan R.S. 2009, Molecular characterization of canine parvo virus strains in vaccines by polymerase chain reaction and restriction endonuclease analysis. *Indian Journal of Virology*, 20: 12-15.
- Rahayua B., Yeti K., dan Baiq A., 2015, *Aktivasi Tanah Liat Secara Asam Dan Penggunaannya Sebagai Adsorben Untuk menurunkan Bilangan Peroksida Minyak Goreng Bekas*. Pendidikan Kimia, FPMIPA IKIP Mataram.
- Sari, 2016 , Pengaruh metode aktivasi sebagai adsorben Fe dalam sumur garuda Banjarbaru. *Jurnal*. Kalimantan Selatan.
- Sesarrita , A., Suryono, A., and Sarwono. 2015. Kualitas Pelayanan Publik Bidang Penanaman modal (Studi di kantor Pelayanan Terpadu Satu pintu). *Jurnal Reformasi*.
- Suarya, P., 2008. Adsorpsi Pengotor Minyak Daun Cengkeh oleh Lempung Teraktivasi Asam. *Jurnal Kimia* 2(1): 19-24.
- Sudarmaji, J. Mukono dan Corie I.P. Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan. *Jurnal Kesehatan Lingkungan FKM*. Unair ; 2006
- Supeno, M dan Sembiring, S.B., 2007, Bentonit Alam Terpilar Sebagai Material Katalis /Co-katalis Pembuatan Gas Hidrogen dari Air, *Disertasi, USU*, Medan.
- Suprianto and Lefifajri. 2009. Analisis Logam Berat Pb and Cd dalam Sampel Ikan and Kerang Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Rekayasa Lingkungan*. 7: 5-8.
- Susana I., 2006. Montmorillonit Terpilar TiO<sub>2</sub> Sebagai Bahan Anti Bakteri Escherichia coli. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

- Soemirat, J. 2005. Toksikologi Lingkungan. Penerbit Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Susianah, T., 2005, Interkalasi Surfaktan Kationik ke dalam Struktur Antarlapis Lempung Bentonit dan Pemanfaatannya sebagai Adsorben Pengotor Minyak Daun Cengkeh, *Tesis*, Program Pasca Sarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta..
- Tan, K. H. 1995, *Prinsip-prinsip Dasar Kimia Tanah*. UGM Pres, Yogyakarta.
- 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*. 80: 199-123.
- Tuzen, M. 2005. Determination of Heavy Metals in Fish Samples of the Middle Black Sea (Turkey) by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. Elsevier. *Food Chemistry*. 80: 119-123.
- Utari T., 1994. Pembuatan Adsorben Alumina Dari Kaolin. *Tesis*. Jakarta.
- Warsito, S. Y. 2008. Preparasi and 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. 245-248.
- World Health Organization. 2010. *Childhood lead posioning*. New York : Library of WHO.

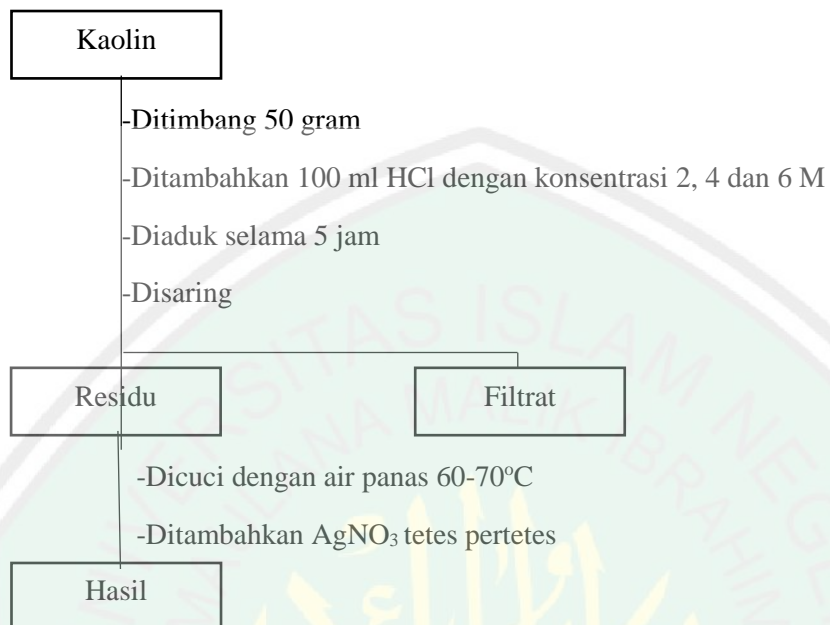
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Kerangka penelitian

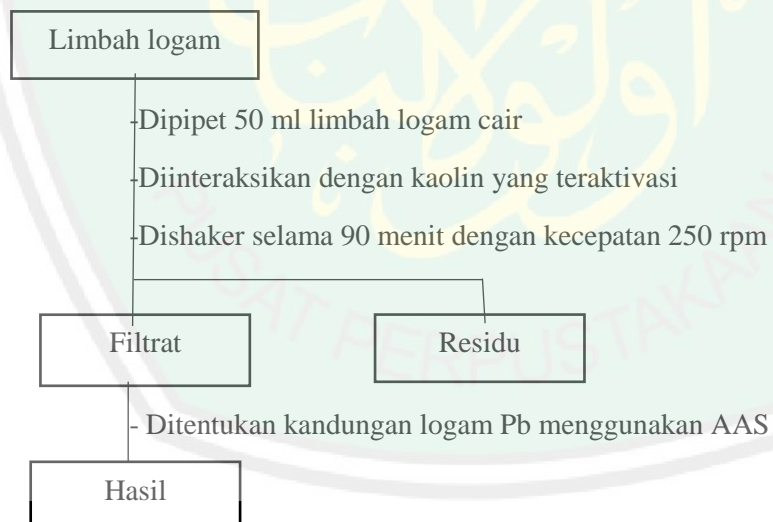


## Lampiran 2. Diagram alir

### Aktivasi Kimia



### Adsorpsi logam Pb menggunakan kaolin



## Karakterisasi

## XRF

Kaolin

- Ditambah 5 mg di tempat wadah sampel
- Dinyalakan dengan X-ray

Hasil

## Karakterisasi

## XRD

Kaolin

- Ditaruh 10 mg ditempat wadah sampel
- Dikarakterisasi menggunakan difraksi X-ray dengan Co-K $\alpha$  pada radiasi  $\lambda$  1.541 Å, 40 kv,  $2\theta = 5-50^\circ$  dan diamati dengan kecepatan 0,02° / sec

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Kurva standar

Persamaan :

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

Limbah logam 1

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,2032 = 0,3857 c + 0,00452$$

$$0,2032 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,19848 : 0,03857 = 5,1485$$

Limbah logam 2

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,2068 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,2068 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,20228 : 0,03857 = 5,24$$

Limbah logam 3

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,2038 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,2038 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,19928 : 0,03857 = 5,14$$

kaolin tanpa aktivasi 1

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1616 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1616 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,15708 : 0,03857 = 4,07$$

kaolin tanpa aktivasi 2

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1435 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1435 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,13898 : 0,03857 = 3,603$$

kaolin tanpa aktivasi 3

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1581 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1581 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,15358 : 0,03857 = 3,98$$

kaolin teraktivasi HCl 2 M 1

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1879 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1879 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,18338 : 0,03857 = 4,7$$

kaolin teraktivasi HCl 2 M 2

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1726 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1726 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,16808 : 0,03857 = 4,35$$

kaolin teraktivasi HCl 2 M 3

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1696 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1696 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,16508 : 0,03857 = 4,28$$

kaolin teraktivasi HCl 4 M 1

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1883 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1883 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,18378 : 0,03857 = 4,76$$

kaolin teraktivasi HCl 4 M 2

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1832 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1832 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,17868 : 0,03857 = 4,63$$

kaolin teraktivasi HCl 4 M 3

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1780 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1780 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,17348 : 0,03857 = 4,49$$

kaolin teraktivasi HCl 6 M 1

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1771 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1771 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,17258 : 0,03857 = 4,47$$

kaolin teraktivasi HCl 6 M 2

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1786 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1786 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,17408 : 0,03857 = 4,51$$

kaolin teraktivasi HCl 6 M 3

$$\text{Absorbansi} = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1784 = 0,03857 c + 0,00452$$

$$0,1784 - 0,00452 = 0,03857 c$$

$$c = 0,17388 : 0,03857 = 4,50$$

## 2. Perhitungan kapasitas adsorpsi limbah logam Pb

$$\text{Kapasitas adsorpsi} = \frac{\text{ppm sebelum aktivasi} - \text{ppm sesudah aktivasi}}{\text{ppm sebelum aktivasi}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin tanpa aktivasi pengulangan 1} &= \frac{5,14 - 4,07}{5,14} \times 100\% \\ &= 20,8 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin tanpa aktivasi pengulangan 2} &= \frac{5,24 - 3,603}{5,24} \times 100\% \\ &= 31,24 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin tanpa aktivasi pengulangan 3} &= \frac{5,16 - 3,98}{5,16} \times 100\% \\ &= 22,86 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin teraktivasi HCl 2M pengulangan 1} &= \frac{5,14 - 4,75}{5,14} \times 100\% \\ &= 7,68 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin teraktivasi HCl 2M pengulangan 2} &= \frac{5,24 - 4,35}{5,24} \times 100\% \\ &= 16,98 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin teraktivasi HCl 2M pengulangan 3} &= \frac{5,16 - 4,28}{5,16} \times 100\% \\ &= 17,98 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kaolin teraktivasi HCl 4 M pengulangan 1} &= \frac{5,14 - 4,75}{5,14} \times 100\% \\ &= 7,58 \end{aligned}$$

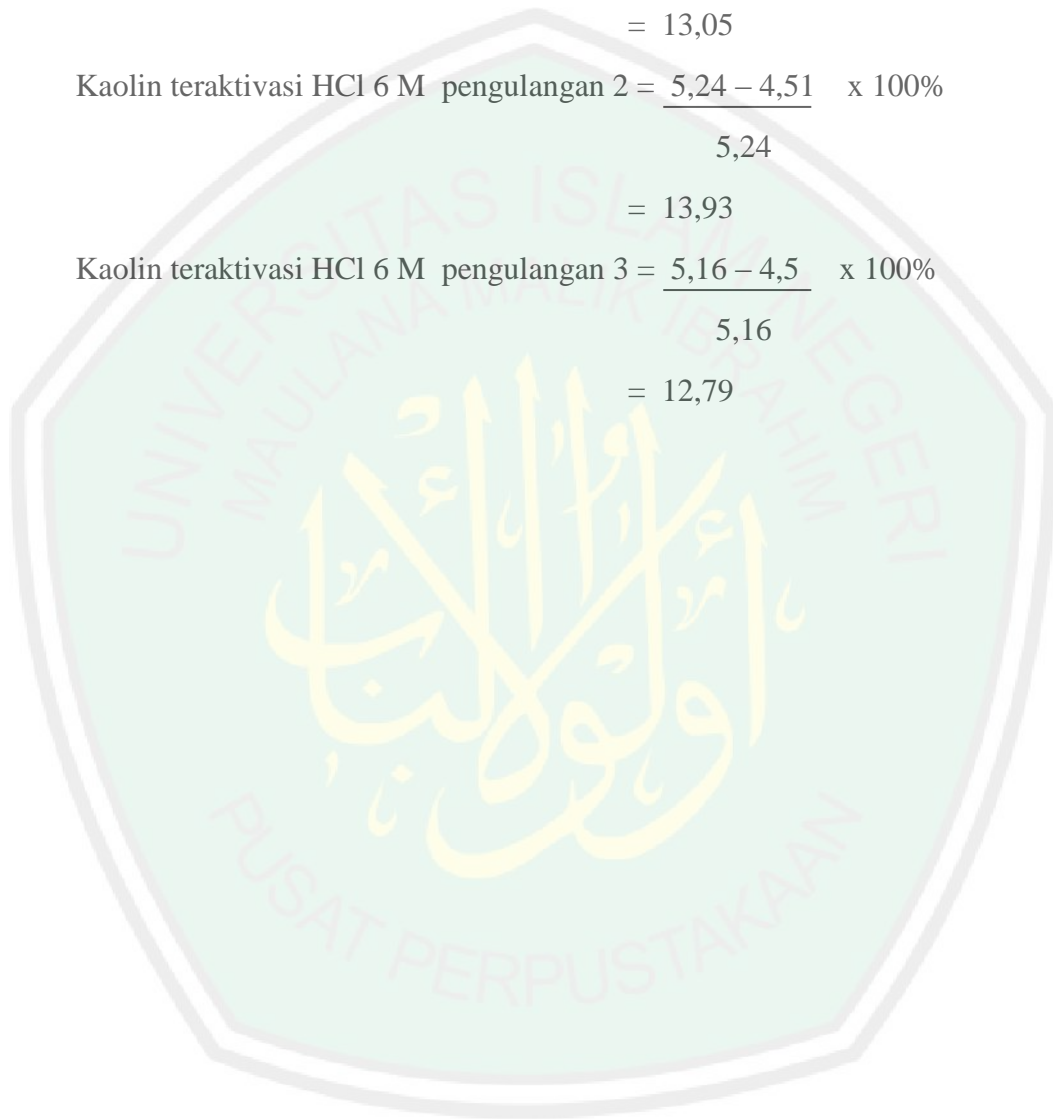
$$\begin{aligned} \text{Kaolin teraktivasi HCl 4 M pengulangan 2} &= \frac{5,24 - 4,63}{5,24} \times 100\% \\ &= 11,64 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kaolin teraktivasi HCl 4 M pengulangan 3} &= \frac{5,16 - 4,49}{5,16} \times 100\% \\ &= 12,98\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kaolin teraktivasi HCl 6 M pengulangan 1} &= \frac{5,14 - 4,47}{5,14} \times 100\% \\ &= 13,05\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kaolin teraktivasi HCl 6 M pengulangan 2} &= \frac{5,24 - 4,51}{5,24} \times 100\% \\ &= 13,93\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kaolin teraktivasi HCl 6 M pengulangan 3} &= \frac{5,16 - 4,5}{5,16} \times 100\% \\ &= 12,79\end{aligned}$$

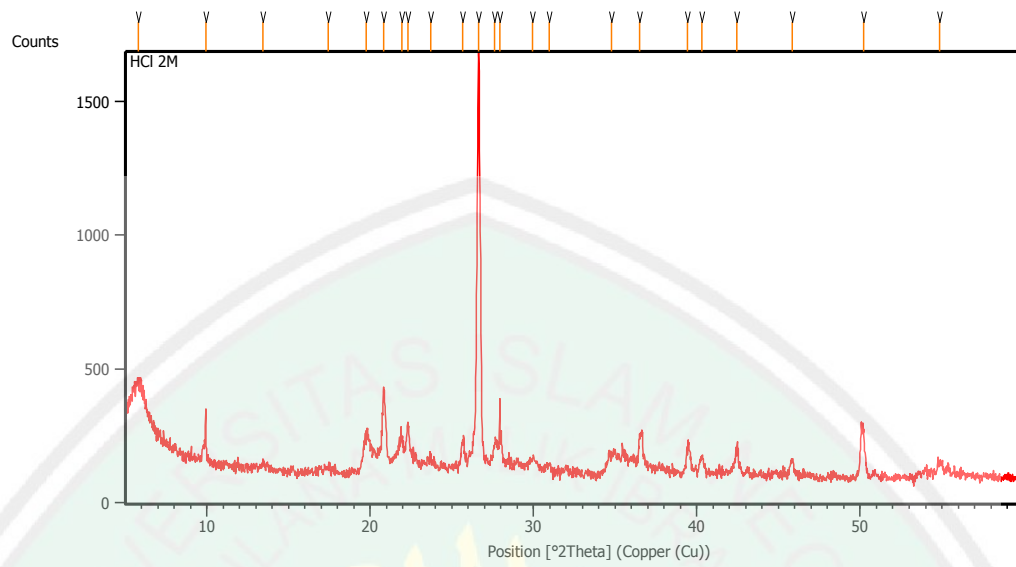


#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

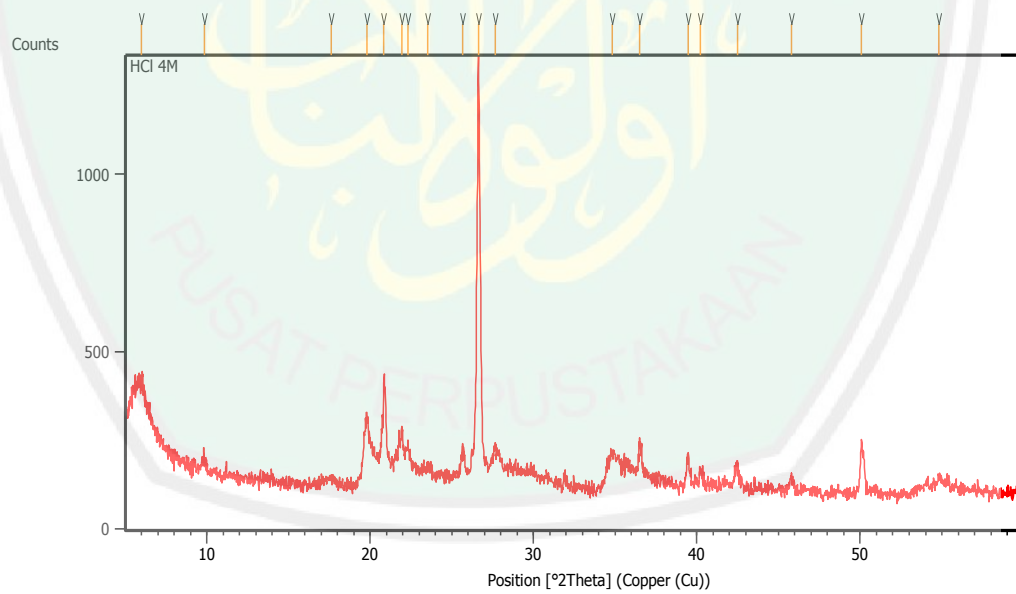
##### 1. Tabel hasil karakterisasi kaolin teraktivasi HCl 2 M Menggunakan XRD

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.8088	225.53	0.5353	15.21496	14.38
9.9264	190.02	0.0502	8.91092	12.11
13.4118	16.11	0.8029	6.60199	1.03
17.4047	20.34	0.8029	5.09536	1.30
19.7636	148.59	0.4015	4.49223	9.47
20.8229	311.82	0.0836	4.26603	19.88
21.9203	143.67	0.1338	4.05487	9.16
22.3060	178.59	0.1673	3.98562	11.39
23.6939	52.06	0.5353	3.75521	3.32
25.6711	112.62	0.1673	3.47029	7.18
26.6458	1568.57	0.1506	3.34552	100.00
27.6169	99.85	0.2007	3.23005	6.37
27.9306	245.20	0.0502	3.19448	15.63
29.9240	51.92	0.4015	2.98606	3.31
30.9381	26.59	0.3346	2.89046	1.70
34.7721	72.25	0.4015	2.58003	4.61
36.4935	145.53	0.1004	2.46219	9.28
39.4412	104.08	0.2007	2.28471	6.64
40.2884	66.38	0.2007	2.23860	4.23
42.4673	98.33	0.1673	2.12865	6.27
45.8478	62.98	0.2007	1.97926	4.02
50.1989	170.10	0.1004	1.81743	10.84
54.8712	52.42	0.2007	1.67322	3.34

## 2. Difraktogram kaolin 2 M



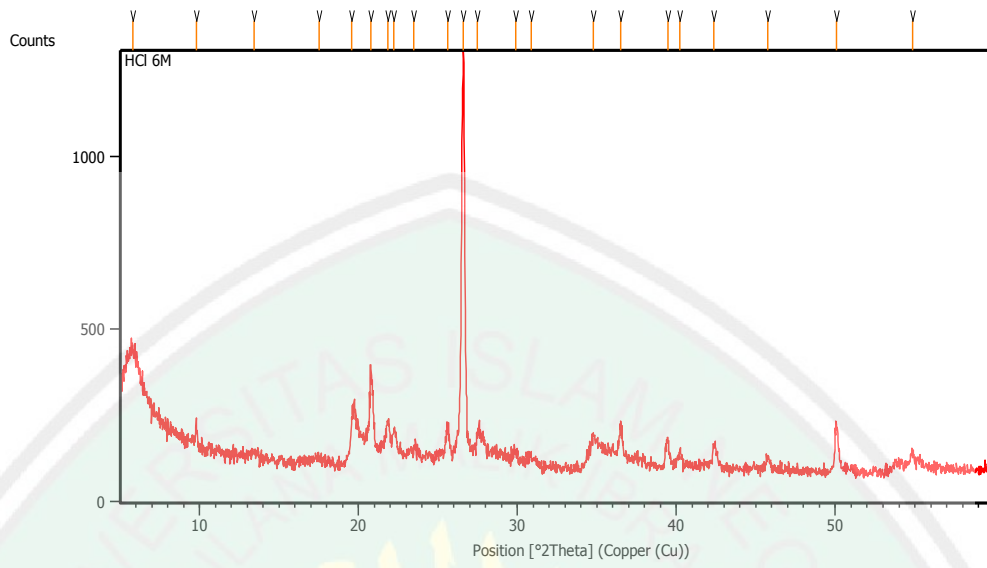
## 3. Difraktogram kaolin 4 M.



## 4. Tabel hasil karakterisasi kaolin teraktivasi HCl 4 M Menggunakan XRD

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
6.0007	189.93	0.5353	14.72876	16.02
9.8381	32.12	0.2676	8.99073	2.71
17.6294	21.46	0.6691	5.03093	1.81
19.7961	190.98	0.3011	4.48490	16.11
20.8348	281.43	0.0669	4.26361	23.74
21.9359	148.02	0.1004	4.05202	12.49
22.3122	99.76	0.2342	3.98453	8.42
23.5186	34.28	0.4015	3.78280	2.89
25.6731	71.89	0.2007	3.47002	6.06
26.6241	1185.37	0.1506	3.34820	100.00
27.6369	72.20	0.3346	3.22776	6.09
34.8349	99.18	0.4684	2.57553	8.37
36.4835	119.70	0.2007	2.46284	10.10
39.4706	63.94	0.1338	2.28307	5.39
40.2003	47.39	0.1004	2.24330	4.00
42.4721	66.98	0.2342	2.12842	5.65
45.8025	35.43	0.2007	1.98111	2.99
50.0872	151.40	0.0836	1.82122	12.77
54.8158	35.70	0.6691	1.67478	3.01

### 5. Difraktogram kaolin 6 M



6. Tabel hasil karakterisasi kaolin teraktivasi HCl 6 M Menggunakan XRD

Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
5.8043	202.49	0.3346	15.22670	17.03
9.7950	49.87	0.1004	9.03021	4.19
13.4048	16.30	0.5353	6.60545	1.37
17.5031	13.89	0.8029	5.06694	1.17
19.5722	134.45	0.2676	4.53572	11.31
20.7682	289.37	0.0502	4.27714	24.34
21.8654	125.81	0.1673	4.06492	10.58
22.2195	99.21	0.2342	4.00093	8.34
23.4881	46.66	0.4015	3.78764	3.92
25.6116	97.33	0.2007	3.47822	8.19
26.6098	1189.03	0.1673	3.34997	100.00
27.4862	89.55	0.2007	3.24511	7.53
29.8820	38.36	0.2676	2.99017	3.23
30.8653	27.29	0.5353	2.89711	2.29
34.7808	95.51	0.2676	2.57941	8.03
36.4728	119.67	0.2007	2.46354	10.06
39.4511	85.29	0.2342	2.28416	7.17
40.2336	49.18	0.2676	2.24152	4.14
42.3463	71.50	0.2342	2.13445	6.01
45.7398	34.65	0.2007	1.98368	2.91
50.0560	138.81	0.1338	1.82228	11.67
54.8815	48.56	0.2676	1.67293	4.08