

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaA DARI KAOLIN DAN
METAKAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM TEMBAGA (Cu), BESI (Fe),
DAN TIMBAL (Pb) PADA LIMBAH LOGAM LABORATORIUM**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAD DARMAWAN
NIM. 13630027



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIMMALANG
2017**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaA DARI KAOLIN DAN METAKAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM TEMBAGA (Cu), BESI (Fe), DAN TIMBAL (Pb) PADA LIMBAH LOGAM LABORATORIUM

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAD DARMAWAN
NIM. 13630027

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
2017**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaA DARI KAOLIN DAN METAKAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM TEMBAGA (Cu), BESI (Fe), DAN TIMBAL (Pb) PADA LIMBAH LOGAM LABORATORIUM

SKRIPSI

**Oleh:
RAHMAD DARMAWAN
NIM. 13630027**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 6 Maret 2017**

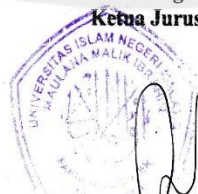
Pembimbing I

**Eny Yulianti, M.Si
NIP.19760611 200501 2 006**

Pembimbing II

**Ahmad Hanafi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**



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

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaA DARI KAOLIN DAN METAKAOLIN SEBAGAI ADSORBEN LOGAM TEMBAGA (Cu), BESI (Fe), DAN TIMBAL (Pb) PADA LIMBAH LOGAM LABORATORIUM

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAD DARMAWAN
NIM. 13630027

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 20 Maret 2017

Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(..... )
Pembimbing I	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(..... 
Pembimbing II	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225. 20160801 1 069	(..... 
Konsultan	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	(..... 

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia


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

iv

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rahmad Darmawan
NIM : 13630027
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Limbah Logam Laboratorium

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi ini benar-benar karya tulis saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran dari orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 22 Maret 2017
Yang membuat pernyataan,



Rahmad

Rahmad Darmawan
NIM. 13630027

MOTTO

**PELAJARI
KUASAI
AMALKAN**

**“Allah sentiasa menolong seseorang hamba selama mana
hamba itu menolong saudaranya” (HR Muslim).**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, tanpa kehendak-Nya penulis tidak akan dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Tulisan ini saya persembahkan kepada :

1. Bapak dan Ibu tercinta yang selalu memberikan cinta dan dukungan moral serta materi kepada saya dalam penyelesaian Studi S-1 dan penulisan naskah skripsi.
2. Kakakku tercinta yang turut serta memberi dukungan.
3. Bapak/Ibu dosen dengan penuh kesabaran dalam membimbing penyusunan naskah skripsi.
4. Seluruh teman-teman, KAOLIN TEAM 2016/2017, Kimia A, Kimia Angkatan 2013, Kimia Angkatan 2014 dan A 2015 yang telah banyak membantu dan memberi semangat.

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Konversi dan Karakterisasi Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb), Besi (Fe), dan Tembaga (Cu) pada Limbah Logam Laboratorium**”. Sholawat serta salam senantiasa tercurakan 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 materiil. Ibu Elok Kamilah Hayati, M. Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Eny Yuliant, M.Si dan Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku pembimbing, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan
3. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku konsultan, karena atas bimbingan, saran dan pegasarahan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan
4. Seluruh Dosen Pengajar Kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
5. Teman – teman mahasiswa angkatan 2013 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi.

6. Semua pihak yang telah membantu.

Penulis menyadari 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 bermanfaat dan dapat menambah ilmu pengetahuan bagi para pembaca.

Malang, Juli 2016

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1 Definisi Umum Kaolin	9
2.2 Pengaruh Larutan Asam-Basa dan Temperatur Terhadap Kaolin	11
2.3 Zeolit NaA.....	13
2.4 Sintesis Zeolit NaA dari Kaolin dengan Metode Hidrotermal.....	17
2.5 Karakterisasi Zeolit Na Adan Kaolin.....	21
2.5.1 Karakterisasi Kaolin menggunakan DTA/TGA.....	21
2.5.2 Karakterisasi Zeolit NaA menggunakan XRD	24

2.6 Limbah Logam Berat	26
2.7 Adsorpsi	28
2.8 Penentuan Kadar Logam Berat Secara AAS.....	29
2.9 Metode Kurva Standar	31
BAB III METODE PENELITIAN	34
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	34
3.2 Alat dan Bahan.....	34
3.2.1 Alat.....	34
3.2.2 Bahan Alat.....	34
3.3 Rancangan Penelitian.....	35
3.4 Tahapan Penelitian	35
3.5 Cara Kerja	36
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin.....	36
3.5.2 Karakterisasi Kaolin.....	36
3.5.2.1 Karakterisasi Kaolin Menggunakan XRF.....	36
3.5.2.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan DTA/TGA	36
3.5.3 Pengubahan Kaolin Menjadi Metakaolin.....	37
3.5.4 Sintesis zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin.....	37
3.5.5 Karakterisasi Zeolit NaA menggunakan XRD.....	38
3.5.6 Persiapan Limbah Logam Laboratorium	38
3.5.7 Adsorpsi Logam Timbal (Pb), Besi (Fe), dan Tembaga (Cu) pada Limbah Logam Laboratorium Menggunakan Zeolit NaA	38
3.5.8 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb), Besi (Fe), dan Tembaga (Cu) Menggunakan AAS.....	39
3.5.8.1 Kondisi Operasional Analisis Logam Pb, Fe, dan Cu Menggunakan AAS.....	39
3.5.8.2 Preparasi Limbah Logam Sebelum Analisis Menggunakan AAS	39
3.5.8.3 Pembuatan Larutan Standar Pb, Fe, dan Cu 100 ppm	40
3.5.8.4 Pembuatan Kurva Standar Logam Pb, Fe, dan Cu	40

3.6 Analisis Data	40
3.6.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray <i>Flourescence</i> (XRF)	40
3.6.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>Differential</i> <i>Thermal Analysis</i> (DTA) dan <i>Thermogravimetry Analysis</i> (TGA)	41
3.6.3 Analisis Hasil Karakterisasi Zeolit NaA Menggunakan X-Ray <i>Diffraction</i> (XRD)	41
3.6.4 Analisis Data Hasil Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Menggunakan AAS <i>Atomic Adsorption Spectroscopy</i>)	42
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
4.1 Preparasi Sampel.....	43
4.2 Karakterisasi Kaolin menggunakan <i>X-Ray Florescence</i> (XRF)	44
4.3 Karakterisasi Kaolin Menggunakan DTA/TGA	45
4.4 Sintesis Zeolit NaA dari Kaolin and Metakaolin Menggunakan Hidrotermal Method	47
4.5 Karakterisasi Zeolit NaA menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	50
4.6 Adsorpsi Logam Cu, Fe, and Pb Menggunakan Zeolit NaA and Kaolin....	53
4.7 Hikmah Penelitian.....	60
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	63
5.1 Kesimpulan	63
5.2 Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA	64
LAMPIRAN.....	70

DAFTAR TABEL

Table 2.1 Kandungan Unsur Kaolin.....	9
Table 3.2 Komposisi Bahan Sintesis Zeolite NaA dengan Perbandingan Solid/Liquid	37
Table 4.1 Kandungan Unsur Kaolin.....	44
Table 4.2 Puncak Zeolit NaA.....	52
Table 4.3 Konsentrasi Logam Cu, Fe, dan Pb.....	55



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kaolin	9
Gambar 2.3 Unit Struktural Zeolit NaA.....	13
Gambar 2.4 Struktur Zeolit NaA.....	14
Gambar 2.5 Proses Pembentukan Kristal Zeolit dengan Metode Hidrotermal ...	20
Gambar 2.6 Grafik Hasil Analisis Menggunakan TGA.....	22
Gambar 2.7 Grafik Hasil Analisis Menggunakan DTA.....	23
Gambar 2.8 Grafik hasil analisis DTA/TGA kaolin	24
Gambar 2.9 Difraktogram Standar Zeolit NaA.....	25
Gambar 2.10 Pola difraktogram zeolite NaA Hasil Sintesis.....	25
Gambar 2.11 Kurva Standar.....	32
Gambar 4.1 Grafik DTA/TGA Kaolin	46
Gambar 4.2 Difraktogram XRD Zeolite NaA dan Kaolin	51
Gambar 4.3 Persentase Penurunan Konsentrasi Cu, Fe, and Pb Setelah Adsorpsi.....	55
Gambar 4.4 Ion exchange pada Kaolin	56
Gambar 4.5 Ion exchange pada Zeolit	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kerangka Penelitian.....	70
Lampiran 2 Diagram Alir.....	71
Lampiran 3 Perhitungan.....	77
Lampiran 4 Data Analisis.....	70
Lampiran 5 Dokumentasi.....	98



ABSTRAK

Darmawan, R. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Limbah Logam Laboratorium**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianty, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci: Kaolin, Metakaolin, Zeolit NaA, Hidrotermal, Adsorpsi.

Zeolit NaA telah disintesis dari reaksi kaolin dengan NaOH; dan metakaolin dengan NaOH menggunakan metode hidrotermal. Metakaolin diperoleh dengan cara memanaskan kaolin pada suhu 650 °C selama 3 jam sesuai dengan analisis DTA/TGA. Sintesis zeolit NaA dilakukan dengan mereaksikan kaolin maupun metakaolin dengan NaOH kemudian diaduk selama 48 jam, selanjutnya dilakukan proses hidrotermal selama 48 jam pada temperatur 100 °C. Zeolit NaA hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD Kaolin, zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin dan metakaolin digunakan sebagai adsorben logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam di laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Masing-masing adsorben seberat 2 gram ditambahkan kedalam 50 mL limbah logam dan dishaker selama 90 menit dengan kecepatan 250 rpm. Kadar logam sebelum dan sesudah adsorpsi dianalisis menggunakan AAS

Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa hasil sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakaolin masih bercampur dengan kaolin. Kemurnian zeolit NaA dari metakaolin lebih tinggi dibandingkan zeolit NaA dari kaolin. Selain itu kristalinitas zeolit NaA dari metakaolin lebih baik dibandingkan dengan zeolit NaA dari kaolin. Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan kaolin berturut-turut sebesar 19,55 %; 55,62 %; dan 22,49 %. Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan zeolit NaA dari kaolin berturut-turut sebesar 9,55 %; 75,89 %; dan 39,45 %. Sementara Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan zeolit NaA dari metakaolin berturut-turut sebesar 88,13 %; 93,82 %; dan 68,14%.

ABSTRACT

Darmawan, R. 2017. **Synthesis and characterization of Zeolite NaA from Kaolin and Metakaolin as Metal Copper (Cu), Iron (Fe), and Lead (Pb) Adsorbent in Metal Waste of Laboratory.** Thesis. Chemistry Department of Science and Technology Faculty State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Eny Yulianty, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi. M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: Kaolin, Metakaolin, Zeolite NaA, Hydrothermal, Adsorption.

Zeolite NaA has been synthesized from the reaction of kaolin with NaOH; and metakaolin with NaOH by hydrothermal method. Metakaolin obtained by means of heat the kaolin at temperatures 650 °C for 3 hours in accordance with the analysis DTA/TGA. The conditions of the reaction of kaolin or metakaolin with NaOH made during the 48 hours stirring, and 48 hours during a hydrothermal time on temperature 100 °C. Zeolite NaA synthesis results were analysis using XRD. Kaolin, zeolite NaA from kaolin and metakaolin used as a metal Cu, Fe, and Pb adsorbent of metal waste in the laboratory at the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Each 2 gram adsorbents added into 50 mL metal waste and was shaker 250 rpm for 90 minute. Concentration of metals determined by AAS

. XRD analysis results showed that the peak of zeolite NaA from metakaolin is much more than the peak of zeolite NaA from kaolin, indicates zeolite NaA from metakaolin purity is higher than zeolite NaA from kaolin. The peak zeolite NaA from metakaolin intensity is higher than zeolite NaA from kaolin, this initially that zeolite NaA from metakaolin crystallinity is better than zeolite NaA from kaolin. The percentage decrease in the concentration of Cu, Fe, and Pb in metals waste of laboratory after adsorption using kaolin in a row of 19, 55%; 55.62%; and 22.49%. The percentage decrease in the concentration of metals Cu, Fe, and Pb in metals waste of laboratory after adsorption using kaolin in a row of 9.55%; 75.89%; and 39.45%. While the percentage decrease in the concentration of metals Cu, Fe, and Pb in metals waste of laboratory after adsorption using kaolin in a row of 90,77%; 93.82%; and 68,14%.

المخلص

دارموان، ر. عام ٢٠١٧. تركيب و توصيف زيوليت NaA من الكاولين وميتاكاولين لمأزة

النحاس (Cu) ، الحديد (Fe) ، والرصاص (Pb) في نفايات المختبر المعدنية.

المشرف الأول: نكار يوليانتني، M.Si؛ المشرف الثاني: أحمد هانابي، ماجستير؛

استشاري: نور سوسي الخليفة، M.Si.

الكلمات الرئيسية: الكاولين، ميتاكاولين، زيوليت ناه، هيدروثيرمال، الامتزاز

وقد تم تركيب زيوليت NaA من تفاعل الكاولين مع هيدروكسيد الصوديوم؛ وميتاكاولين مع هيدروكسيد الصوديوم بطريقة هيدروثيرمال. ميتاكاولين تم الحصول عليها عن طريق الحرارة الكاولين في درجات الحرارة 650 °C لمدة 3 ساعات وفقا للتحليل DTA/TGA. شروط تفاعل الكاولين أو ميتاكاولين مع هيدروكسيد الصوديوم خلال الـ 48 ساعة، إثارة، و 48 ساعة خلال فترة المائبة الحرارية على درجة حرارة 100 درجة مئوية. ويستخدم ناه زيوليت تجميع النتائج من الكاولين وميتاكاولين كالمعادن الإدمصاص Cu, Fe ، الجريدة الرسمية، والنفايات المعدنية في المختبر في الجامعي الإسلام نيغيري مالانغ مولانا إبراهيم مالك.

ويتم تحليل NaA زيوليت توليف نتائج استخدام XRD. أظهرت نتائج تحليل زرد أن ذروة زيوليت NaA توليفها من ميتاكاولين أكثر بالمقارنة مع ذروة زيوليت ناه توليفها من الكاولين. وبالإضافة إلى ذلك، أظهرت نتائج التحليل زرد أن كثافة القمم في المنطقة 2θ على زيوليت NaA من ميتاكاولين أعلى من زيوليت NaA من الكاولين. زيوليت NaA امتزاز قدرة الذي يتم تصنيعه من الكاولين أو ميتاكاولين ضد معادن النحاس، الحديد، الرصاص، وأعلى من قدرة امتزاز الكاولين وهو قادر على تخفيض المستويات المعادن Cu و Fe و Pb في صف من 19، 55 في المائة؛ 55.62%؛ و 22.49%. زيوليت NaA من الكاولين قادرة على خفض مستويات المعادن Cu, Fe و Pb، وتصريف النفايات المعدنية على التوالي 9، 55 في المائة؛ 75.89%؛ و 39.45%. وفي حين زيوليت NaA توليفها من ميتاكاولين غير قادرة على تخفيض مستويات المعادن Cu, Fe ، والجريدة الرسمية في صف النفايات المعدنية سيسيرا ٩٠,٧٧ في المائة؛ 93.82%؛ و 68,14 في المائة.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Laboratorium di perguruan tinggi mempunyai peranan penting sebagai fasilitas penunjang untuk kegiatan pendidikan dan penelitian bagi mahasiswa maupun dosen. Kegiatan di laboratorium termasuk kegiatan yang menghasilkan limbah B3 (Bahan Beracun dan Berbahaya). Sehingga perguruan tinggi dengan sejumlah laboratorium di dalamnya semestinya memiliki sistem pengolahan limbah tersendiri. Limbah dari kegiatan laboratorium di perguruan tinggi memiliki sifat khas, berbeda dengan limbah yang berasal dari kegiatan industri. Limbah laboratorium biasanya memiliki keragaman jenis limbah yang sangat tinggi (Kementerian Lingkungan Hidup, PP No 18, 1999).

Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang setiap tahunnya menghasilkan limbah cair \pm 120 Liter. Selama ini limbah cair tersebut hanya dipisahkan dalam wadah sesuai jenis limbah yang dihasilkan dan belum ada instalasi pengolahan untuk limbah cair tersebut. Salah satu jenis limbah dari kegiatan laboratorium di perguruan tinggi adalah limbah logam berat.

Limbah logam berat yang dihasilkan oleh laboratorium jurusan kimia Universitas Islam Negeri Malang merupakan akumulasi limbah yang mengandung logam berat. Beberapa logam berat yang terkandung didalam limbah logam adalah timbal (Pb), tembaga (Cu), dan besi (Fe). Hasil analisis kadar logam berat didalam limbah logam menggunakan AAS adalah cukup tinggi yaitu diatas 50 ppm. Logam Pb, Cu, dan Fe merupakan logam berat yang bersifat toksik. Logam timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dilaporkan oleh *World Health Organization* (WHO) sebagai logam berat tingkat 1 paling berbaya (WHO, 2010). Sementara besi (Fe)

sebagai logam berat berbahaya tingkat 3. Timbal (Pb), tembaga (Cu) dan besi (Fe) 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 Ar Ruum Ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”. (QS 30: 41).

Menurut tafsir Departemen Agama (1993), kerusakan yang terjadi di darat dan di laut merupakan hasil dari perbuatan manusia itu sendiri. Kerusakan tersebut bersifat insidental dimana sebelum ada manusia tidak ada kerusakan. Kerusakan terjadi bersamaan dengan adanya manusia. Shihab (2003) menafsirkan bahwa terjadinya kebakaran, kekeringan, kerusakan, kerugian perniagaan dan ketertenggelaman disebabkan oleh kejahatan dan dosa-dosa yang diperbuat manusia. 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 Cu, Fe, dan 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 yang disebut adsorben. Logam berat dalam limbah cair yang berupa kation dapat diserap dipermukaan adsorben sehingga konsentrasinya dalam larutan akan menurun. Adsorben yang digunakan dalam proses adsorpsi biasanya merupakan zat padat dengan pori dipermukaanya. Salah satu adsorben yang digunakan dalam pengolahan limbah adalah zeolit (Adli, 2012).

Ismail, dkk. (2013), melaporkan bahwa zeolit dapat digunakan sebagai adsorben logam berat pada limbah cair. Dilaporkan bahwa dengan menambahkan 0,5 mg zeolit ke dalam 10 mL larutan yang mengandung logam berat, dapat mengurangi kadar logam berat dalam larutan sebesar 98-99 %. Hal tersebut didukung dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Landeros, dkk (2013). Berdasarkan hasil penelitiannya dilaporkan bahwa zeolit mempunyai daya adsorpsi lebih kuat dibandingkan dengan lempung dan kuarsa.

Zeolit merupakan suatu kelompok mineral berpori yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa (Saputra, 2006). Zeolit sintesis merupakan suatu senyawa kimia yang memiliki sifat fisika dan sifat kimia sama dengan zeolit alam (Saputra, 2006). Salah satu zeolit sintesis yang banyak dikembangkan adalah zeolit NaA. Zeolit NaA merupakan zeolit golongan linde type A (LTA) dan termasuk jenis zeolit dengan rasio molar Si/Al kurang dari 2. Zeolit NaA secara spesifik digunakan dalam pembuatan detergen (Flanigen, dkk. 1971), melunakkan sifat air dengan menurunkan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} (De Lucas, dkk. 1992), zeolit NaA juga

digunakan sebagai adsorben (Ismail, dkk. 2013), dan lain-lain. Penelitian mengenai zeolit NaA akhir-akhir ini sudah banyak dilaporkan. Diantara penelitian yang telah dilaporkan mengenai sintesis zeolit NaA adalah sintesis zeolit NaA dari bahan dasar kaolin (Ismail, dkk. 2013; Miao, dkk. 2009; Rios, dkk. 2009; Alkan, dkk. 2005; dan Rocha dan Klinowski, 1991).

Kaolin 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).

Hasil analisis kandungan mineral kaolin dari Turki 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). Kandungan silika dan alumina yang tinggi, memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit.

Selain itu Rios, dkk (2009), menyatakan bahwa kaolin tidak stabil pada kondisi basa dan membentuk kerangka zeolit.

Menurut Alkan, dkk. (2005), untuk mensintesis zeolit dengan rasio Si/Al rendah dari kaolin harus melalui dua tahap. Pertama, kaolin harus diubah menjadi metakaolin dengan pemanasan. Kedua, reaksi antara metakaolin dan basa dengan menggunakan metode hidrotermal untuk mendapatkan zeolit. Miao, dkk. (2009), mendapatkan metakaolin dengan mengkalsinasi kaolin pada suhu 700 - 900 °C selama 1 jam. Pada suhu tersebut merupakan suhu yang efektif untuk mendapatkan metakaolin dengan desorpsi terhadap air sebanyak 28 % /berat. Rocha dan Klinowski, (1991), juga menggunakan suhu 700 °C untuk mendapatkan metakaolin dari kaolin. Selain itu beberapa penelitian juga menggunakan rentang suhu tersebut untuk mendapatkan metakaolin dari kaolin. Murat, dkk. (1991), mendapatkan metakaolin pada temperatur kalsinasi terhadap kaolin 900 °C., sementara Mostafa, dkk. (2011), mendapatkan metakaolin dengan temperatur kalsinasi terhadap kaolin 800 °C.

Johnson, dkk (2014), berhasil mensintesis zeolit NaA dari metakaolin yang direaksikan dengan NaOH. Penelitian dilakukan dengan mereaksikan metakaolin dan NaOH dengan variasi konsentrasi NaOH 2; 4; 5; 6; dan 10 M. Berdasarkan hasil analisis kristalinitas menggunakan XRD zeolit NaA terbukti telah terbentuk pada konsentrasi NaOH 4 dan 5 M.

Penelitian lain yang telah dilaporkan oleh Heah, dkk. (2013), sintesis zeolit NaA dari kaolin dapat dilakukan dengan mereaksikan kaolin dan NaOH secara langsung tanpa mengubah kaolin menjadi metakaolin terlebih dahulu. Penelitian dilakukan dengan mereaksikan kaolin dan NaOH dengan variasi konsentrasi NaOH

6-14 M. berdasarkan analisis kristalinitas dengan menggunakan XRD, zeolit NaA juga telah terbukti terbentuk dengan menurunnya konsentrasi NaOH.

Mostafa, dkk. (2011), berhasil mensintesis zeolit NaA dari metakaolin menggunakan konsentrasi NaOH 3M yaitu lebih rendah dibandingkan konsentrasi NaOH yang digunakan oleh Johnson, dkk (2014); dan Heah, dkk (2013). Berdasarkan analisis kristalinitas menggunakan XRD zeolit NaA telah terbukti terbentuk. Menurut Alkan, dkk (2005), konsentrasi NaOH yang semakin tinggi akan mengubah kaolin menjadi hidroksi sodalit. Sementara itu, konsentrasi NaOH yang semakin rendah akan mengakibatkan terbentuknya zeolit NaA.

Sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakaolin dapat dilakukan dengan metode hidrotermal (Johnson, dkk. 2014; Heah, dkk. 2013; Mostafa, dkk. 2011; dan Alkan, dkk. 2005). Keuntungan menggunakan metode hidrotermal adalah dapat dilakukan pada temperatur rendah. Selain itu, metode hidrotermal juga dapat menghasilkan produk kristal yang homogen, serta tidak membutuhkan waktu yang panjang. Metode hidrotermal juga dapat menjaga kemurnian bahan karena sampel dimasukkan kedalam teflon dan bejana baja (reaktor hidrotermal) yang tertutup rapat sehingga menjaga kontaminasi dari luar (Sugiarti, 2013).

Alkan, dkk (2005), menggunakan suhu hidrotermal 105 °C selama 2 jam untuk proses sintesis zeolit NaA. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa zeolit NaA yang terbentuk mengandung sedikit pengotor berupa kuarsa dan sodalit. Rios, dkk (2009), mensintesis zeolit NaA pada suhu 100 °C dengan waktu sintesis selama 24, 48, dan 90 jam. Hasil yang didapat menunjukkan bahwa kristalinitas semakin tinggi dengan bertambahnya waktu kristalinitas.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit NaA dari kaolin dan sintesis zeolit NaA metakaolin menggunakan metode hidrotermal dengan konsentrasi NaOH 3 M. Kaolin dan metakaolin dianalisis menggunakan XRF (X-Ray *Flourocense*) untuk mengetahui persentase kandungan silikon (Si) dan alumunium (Al) di dalamnya. Untuk mengetahui temperatur perubahan fasa kaolin menjadi metakaolin dilakukan analisa menggunakan DTA (*Differential Thermal Analyze*) dan TGA (*Thermal Gravimetry Analyze*). Hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas, serta keberhasilan sintesis. Uji kemampuan zeolite NaA sebagai adsorben diujikan pada limbah laboratorium untuk mengadsorp logam tembaga (Cu), besi (Fe), dan timbal (Pb). Adsorpsi logam tembaga (Cu), besi (Fe), dan timbal (Pb) dilakukan dengan menambahkan zeolit NaA hasil sintesis ke dalam limbah logam. Kadar logam tembaga (Cu), besi (Fe), dan timbal Pb dalam limbah sebelum dan sesudah diadsorp dianalisa menggunakan AAS.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana karakter zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin dan metakaolin?
2. Berapa persentase penurunan konsentrasi logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada limbah logam laboratorium yang diadsorpsi menggunakan adsorben kaolin, zeolit NaA dari kaolin, dan zeolit NaA dari metakaolin ?

1.3 Tujuan

Tujuan yang harus dicapai pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui karakter hasil sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakolin.
2. Mengetahui persentase penurunan konsentrasi logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada limbah logam laboratorium yang diadsorpsi menggunakan adsorben kaolin, zeolit NaA dari kaolin, dan zeolit NaA dari metakaolin ?

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kaolin yang digunakan berasal dari daerah Kecamatan Blitar Selatan.
2. Kandungan silikon (Si) dan aluminium (Al) dianalisis menggunakan XRF.
3. Penentuan temperatur perubahan kaolin menjadi metakaolin dianalisis menggunakan DTA/TGA.
4. Karakter zeolit NaA berupa fasa kristal yang terbentuk dan ditandai dengan puncak yang muncul pada difraktogram XRD.
5. Limbah logam diperoleh dari laboratorium jurusan kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

1.5 Manfaat

Adapun manfaat penelitian yang dilakukan sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh kaolin dan metakaolin pada sintesis zeolit NaA, sehingga efisiensi sintesis zeolit NaA dapat ditingkatkan.
2. Mengetahui karakteristik sintesis zeolite NaA berdasarkan sumber Si/Al dari kaolin dan metakaolin, sehingga memberikan hasil maksimum pada sintesis zeolite NaA ?

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi Umum Kaolin

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

Kaolin atau kaolinit termasuk jenis mineral lempung dengan rumus kimia $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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).

Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin

Senyawa	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	LoI ^a
Kadar(%)	48,70	36,73	0,33	0,57	0,32	0,27	0,01	0,88	12,59

Sumber : Alkan, dkk. (2005).

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ
 وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (190). (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka (191).*”

Surat Ali Imron ayat 191 dijelaskan dalam tafsir Al-Aisar, “*sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi,*”, yang dimaksud dengan penciptaan langit dan bumi ialah segala sesuatu yang ada di dalam langit dan bumi beserta isinya yang menandakan kekuasaan Allah semesta alam. Disambung dengan penjelasan surat Ali Imron ayat 192 “*(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi,*”, yakni mereka yang memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi dan segala fenomena alam yang terjadi di dalamnya yang menunjukkan adanya kekuasaan-Nya. Kajian diatas menunjukkan kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya karena manusia telah diberi akal untuk berfikir (Al Jazairi, 2007; dan Nata, 2002).

Perenungan tersebut mendorong para manusia termasuk peneliti untuk berfikir (bertafakkur) akan ciptaan Allah SWT yang sungguh luar biasa. Allah menciptakan langit dan bumi secara adil dan teratur, hal tersebut wajib direnungi dan disyukuri (Zahro, dkk. 2014). Kaolin merupakan salah satu kekayaan alam yang diciptakan Allah SWT di dalam bumi. Kaolin biasanya digunakan sebagai pembuatan keramik. Maha besar Allah SWT, selain digunakan sebagai bahan dasar pembuat keramik ternyata kaolin juga mempunyai kemampuan sebagai adsorben. Kemampuan kaolin sebagai adsorben ternyata kurang begitu bagus dibandingkan bahan tambang lain seperti zeolit. Hal demikian mendorong para peneliti untuk mencari cara meningkatkan kemampuan kaolin sebagai adsorben. Salah satu cara untuk meningkatkan kemampuan kaolin sebagai adsorben yaitu dengan cara mengubahnya menjadi zeolit.

2.2 Pengaruh Larutan Asam-Basa dan Temperatur Terhadap Kaolin

Kaolin mempunyai reaksi yang berbeda apabila direaksikan dengan asam dan basa. Reaksi kaolin dengan Asam Klorida (HCl) telah dilaporkan oleh Balver, dkk. (2002). Dilaporkan bahwa reaksi antara kaolin dan HCl menghasilkan mika dan kuarsa dengan fasa amorf. Menurut laporannya asam yang direaksikan dengan kaolin akan menghilangkan pengotor berupa oksida-oksida logam. Selain itu reaksi asam dan kaolin akan meningkatkan persentase kandungan silika (SiO_2) dan menurunkan kadar alumina (Al_2O_3) dalam kaolin.

Kaolin yang direaksikan dengan basa menunjukkan hasil yang berbeda dengan reaksi menggunakan asam. Kaolin yang direaksikan dengan basa membentuk kristal dengan *framework* zeolit (Alkan, dkk. 2005 ; Kwakye, dkk. 2014; Miao, dkk.

2009; Mostafa, dkk. 2011; Rios, dkk. 2007; dan Rios, dkk. 2009). Hal tersebut dikarenakan kaolin tidak stabil pada kondisi basa, ketidakstabilan tersebut merubah struktur kerangka lempung menjadi struktur zeolit. Berikut adalah reaksi yang terjadi antara kaolin dengan basa (Rios, dkk. 2009) :



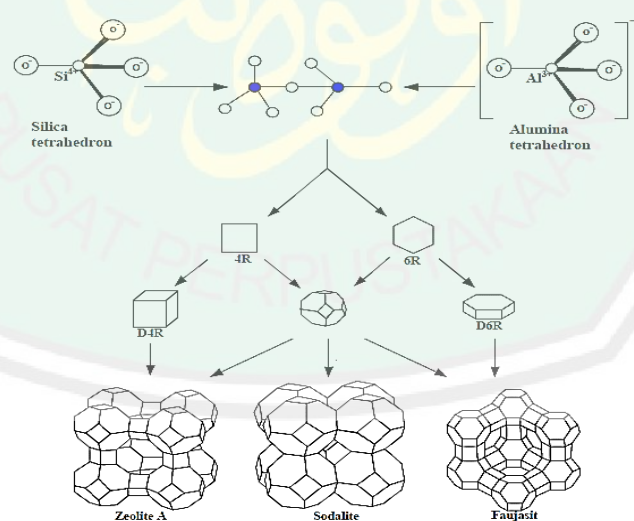
Menurut Johnson, dkk (2014), Heah, dkk (2013), Mostafa, dkk (2011), Alkan, dkk (2005), dan Sivapullaiah dan Manju (2004), konsentrasi larutan basa yang digunakan mempengaruhi struktur dari kaolin. Konsentrasi larutan basa yang semakin tinggi akan mengubah struktur kaolin menjadi hidroksi sodalit. Disisi lain penggunaan larutan basa dengan konsentrasi semakin rendah akan mengubah struktur kaolin menjadi zeolit NaP dan NaA.

Selain pH, pemanasan juga berpengaruh terhadap struktur kaolin. Dimana pemanasan dengan temperatur 600 sampai 1000 °C kaolin berubah menjadi amorf metakaolin, mullit, dan silika amorf (Sperinck, dkk. 2010). Beberapa penelitian yang telah dilakukan, melaporkan bahwa struktur kaolin yang berubah menjadi metakaolin mampu menghasilkan zeolit dengan kristalinitas lebih tinggi dibandingkan dengan kristalinitas zeolit yang berasal dari kaolin tanpa pemanasan (Rios, dkk. 2007; Rios, dkk. 2007; Kallai dan Lapides, 2007). Metakaolin didapatkan dengan memanaskan kaolin menggunakan temperatur 300 sampai 700 °C (Sperinck, dkk. 2010; dan Rocha dan Klinowski, 1991). Penelitian lain menyatakan bahwa kalsinasi diatas temperatur 900 °C akan merubah kaolin menjadi amorf silika (SiO₂) (Alkan, dkk. 2005).

Penelitian yang telah dilaporkan oleh Mostafa, dkk (2011), menyatakan bahwa jika kalsinasi menggunakan temperatur terlalu rendah, setelah direaksikan dengan basa maka konversi struktur zeolit yang terbentuk dari kaolin didominasi oleh hidroksi sodalit. Sementara, jika temperatur kalsinasi melebihi 900 °C maka produk yang terbentuk didominasi oleh zeolit NaP.

2.3 Zeolit NaA

Zeolit NaA merupakan zeolit yang termasuk ke dalam *framework* Linde Type A (LTA) dengan rumus molekul $\text{Na}_n \cdot \text{Al}_n \cdot \text{Si}_n \cdot \text{O}_{(4n)} \cdot 72\text{H}_2\text{O}$ (Mostafa, dkk. 2011), yang mempunyai struktur pori 3-dimensi dengan pori yang tegak lurus satu dengan lainnya pada bidang x, y, dan z. Zeolit NaA dibuat dari *Composite Building Units* (CBU) yaitu unit 4,4. CBU zeolit NaA adalah D4R.

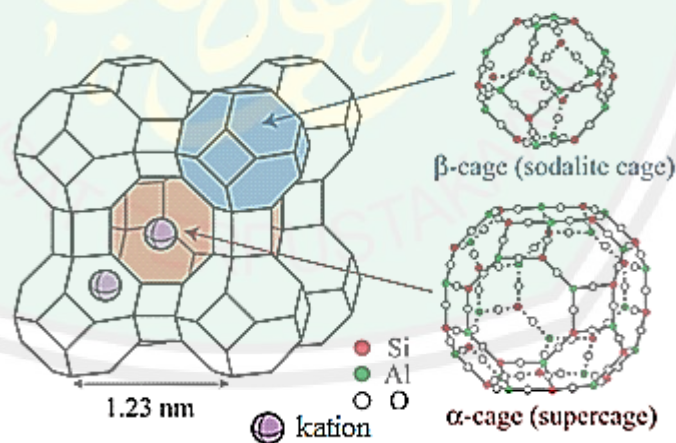


Gambar 2.2 Unit struktural dari zeolit A, Sodalite dan Faujasite (Wang, dkk., 2013)

Zeolit NaA terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota empat yang dihubungkan dengan atom

oksigen. Ketika dilakukan penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota delapan yang disebut jendela (window) dan membentuk pori kecil (*cavity/cage*) yang merupakan sangkar alpha. Diameter porinya sebesar 0.3-0.45 nm . Zeolit A memiliki rasio molar Si/Al yang spesifik untuk setiap jenis zeolit yaitu < 2 . Pembentukan CBU zeolit NaA dapat dilihat pada Gambar 2.2. (Auerbach, 2003).

Zeolit NaA terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota empat yang dihubungkan dengan atom oksigen. Ketika dilakukan penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota delapan yang disebut jendela (window) dan membentuk pori kecil (*cavity/cage*) yang merupakan sangkar alpha. Diameter porinya sebesar 0.3-0.45 nm . Zeolit A memiliki rasio molar Si/Al yang spesifik untuk setiap jenis zeolit yaitu < 2 (Auerbach, 2003).



Gambar 2.3 Struktur dasar zeolit NaA, Cage zeolit NaA Pori (*Cave*) Zeolit NaA (Johnson, dkk. 2014)

Zeolit A mempunyai simetri kubik dengan panjang sisi unit sel sebesar 24.6Å dan termasuk dalam simetri $Fm3c$ (Aurbach, dkk. 2003). Sel satuan adalah sel

terkecil yang masih menunjukkan sistem kristalnya. Kegunaan penting zeolit NaA adalah sebagai bahan aktif pembuatan detergen, bahan baku pembuatan *polyvinyl chloride* (PVC) *thermoplastic*. Struktur dasar zeolit NaA dan *cage* zeolit NaA ditunjukkan dalam Gambar 2.3.

Allah SWT berfirman dalam Al-Qur' surat Al Fushshilat ayat 53 :

سُنُرِيهِمْ ءَايَاتِنَا فِي الْآفَاقِ وَفِي أَنْفُسِهِمْ حَتَّىٰ يَتَبَيَّنَ لَهُمْ أَنَّهُ الْحَقُّ أَوَلَمْ يَكْفِ بِرَبِّكَ أَنَّهُ
عَلَىٰ كُلِّ شَيْءٍ شَهِيدٌ ﴿٥٣﴾

Artinya : "Kami akan memperlihatkan kepada mereka tanda-tanda (kekuasaan) Kami di segenap ufuk dan pada diri mereka sendiri, sehingga jelaslah bagi mereka bahwa Al Qur'an itu adalah benar. Dan apakah Tuhanmu tidak cukup (bagi kamu) bahwa sesungguhnya Dia menyaksikan segala sesuatu?". (QS. 41:53).

Fakhri (2010) menyatakan bahwa fenomena alam dalam Al-Qur'an digambarkan oleh Allah kepada manusia, sehingga manusia mampu melihat dengan mata kepalanya sendiri memahami keseluruhan filosofi ciptaan-Nya. Al-Qur'an memerintahkan kepada manusia untuk mengenali secara seksama seraya mengetahui sifat-sifat dan proses-proses alamiah yang terjadi di dalamnya, hal ini juga ditegaskan dalam surat Yunus ayat 101.

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ



Artinya: "Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman" (QS. 10:101).

Ayat di atas memerintahkan kepada manusia untuk memperhatikan fenomena-fenomena yang terjadi di langit dan di dalam bumi. Dalam hal ini manusia juga diperintahkan untuk memahami fenomena alam yang terjadi serta memikirkan dan mempercayai bahwa semua itu di ciptakan Allah tanpa sia-sia. Al-Qur'an juga menekankan pentingnya analisis yang mendalam terhadap fenomena alam melalui proses penalaran yang kritis dan sehat untuk mencapai kesimpulan yang rasional. Persoalan ini tersirat dalam Al-Qur'an di tuliskan dalam surat An Nahl ayat 11-12. Meskipun demikian, dalam perspektif Al-Qur'an, kesimpulan-kesimpulan ilmiah rasional bukanlah tujuan akhir dan kebenaran mutlak dari proses penyidikan terhadap gejala-gejala alam semata. Sebab, seperti pada penghujung ayat kesadaran adanya Allah dengan sifat-sifat-Nya yang Maha Sempurna menjadi tujuan hakiki dibalik fakta-fakta alamiah yang dinampakkan (Fakhri, 2010).

Memahami tanda-tanda kekuasaan Pencipta hanya mungkin dilakukan oleh orang-orang yang terdidik dan bijak yang berusaha menggali rahasia-rahasia serta memiliki ilmu (keahlian) dalam bidang tertentu. Ilmu-ilmu kealaman seperti matematika, fisika, kimia, astromi, geologi, biologi dan lainnya merupakan perangkat yang dapat digunakan untuk memahami fenomena dalam alam semesta secara tepat. Dengan bantuan-bantuan ilmu-ilmu serata didorong oleh semangat dan sikap rasional, maka sunnatullah dalam wujud keteraturan tatanan di alam ini tersingkap (Fakhri, 2010).

Zeolit merupakan suatu mineral yang yang terbentuk secara alami selama ratusan tahun karena pengaruh tekanan dan temperatur. Zeolit merupakan bahan tambang, topografinya menyerupai gunung. Zeolit biasanya membentuk dataran yang lebih tinggi dibandingkan dataran disekitarnya. Zeolit mempunyai banyak

kegunaan, salah satunya adalah sebagai adsorben. Akan tetapi kemampuan zeolit alam sebagai adsorben kurang bagus dibandingkan zeolit sintesis. Hal ini dikarenakan zeolit alam mengandung banyak pengotor berupa kation, seperti besi yang akan mengganggu proses adsorpsi. Sehingga perlu adanya alternatif untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi dari zeolit alam, yang mendorong para peneliti untuk berfikir dan menemukan solusinya berdasarkan berdasarkan tanda-tanda kekuasaan-Nya, salah satunya adalah dengan mensintesis zeolit dari kaolin.

Kaolin merupakan mineral alam yang memiliki kandungan besi rendah. Allah SWT telah memberikan sifat terhadap khusus terhadap kaolin, sifat tersebut dapat dikembangkan oleh manusia untuk membuat kaolin mempunyai kemampuan lain yang berguna untuk kehidupan manusia. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti di bab sebelumnya, kaolin tidak stabil dalam keadaan basa dan cenderung membentuk zeolit. Hal ini dapat dimanfaatkan sebagai alternatif untuk mensintesis zeolit yang mempunyai kemampuan adsorpsi lebih baik dibandingkan dengan zeolit alam.

2.4 Sintesis Zeolit NaA dari Kaolin dan metakaolin dengan Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal menggunakan panas dan air yang sifatnya merubah larutan menjadi padatan. Pada praktiknya, metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (autoclave) menggunakan air. Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan. Metode hidrotermal (penggunaan air sebagai pelarut di atas titik didihnya) harus dilakukan pada sistem yang tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya. Jika pemanasan air mencapai di atas titik didih normalnya yaitu 373 K, maka disebut

“*super heated water*”. Kondisi saat tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal. Kondisi hidrotermal terdapat secara alamiah dan beberapa mineral seperti zeolit alam terbentuk melalui proses ini (ismagilov, 2012).

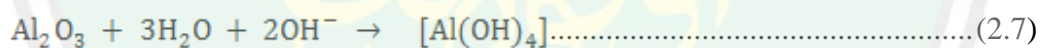
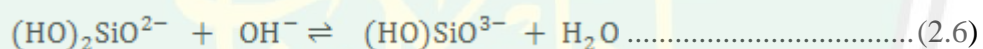
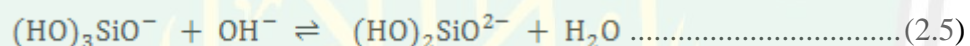
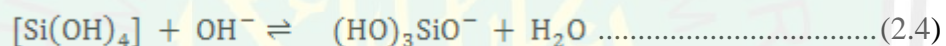
Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, yaitu (Lee, dkk., 1991):

1. Temperatur relatif rendah untuk reaksi.
2. Dengan menaikkan temperatur dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak biasanya.
3. Pada kondisi super-heated water, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. atau bila temperatur dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut.
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi.

Zeolit NaA terbentuk dalam kondisi hidrotermal dengan adanya perubahan struktur dari kaolin dan metakaolin menjadi zeolit dengan menggunakan pelarut air. Perubahan tersebut dikarenakan adanya basa yang membuat struktur dari kaolin dan metakaolin menjadi tidak stabil (Rios, dkk. 2009; dan Alkan, dkk. 2005). Penambahan NaOH dalam sintesis zeolit tidak hanya bekerja sebagai reagen, mineralizer, juga sebagai materi pendukung (metalizer), karena pada struktur zeolit terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al sehingga dibutuhkan kation-kation pendukung diluar rangka untuk menetralkannya. Mineralizer adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan

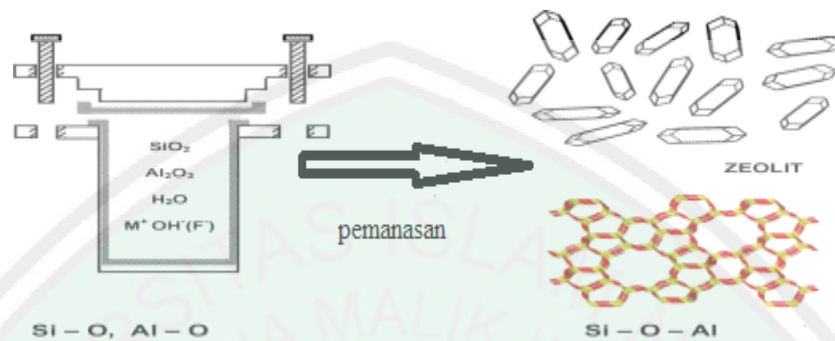
cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga yang biasanya tidak dapat larut dalam air dengan menambahkan mineralizer dapat menjadi larut. Mineralizer yang digunakan untuk SiO_2 adalah NaOH , KOH , Na_2CO_3 , atau NaF (Schubert dan Housing, 2000).

Polimerisasi yang terjadi adalah disolusi yang diikuti oleh polikondensasi. Reaksi polimerisasi ini aluminium (Al) dan silika (Si) mempunyai peranan penting dalam ikatan polimerisasi. Reaksi Al dan Si dengan alkali akan menghasilkan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ dan $\text{Si}(\text{OH})_4$. Berikut reaksi disolusi ion aluminat dan monomer silikat (Septia, 2011) :



Pada disolusi alumina, OH^- dikonsumsi untuk menghidrolisis unsur Al agar terbentuk anion aluminat $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, maka untuk mencapai disolusi yang sempurna pada pembentukan monomer alumina dan silika dibutuhkan larutan alkali aktivator yang mencukupi (Septia, 2011). Menurut Cusdy dan Cox (2005), terbentuknya kristal zeolit melalui tiga tahap, yaitu padatan amorf, larutan, dan kristal. Fasa padatan amorf merupakan tahap dimana larutan yang dibuat dari campuran reaktan masih bersifat sangat jenuh. Fase larutan merupakan fase dimana reaktan-reaktan larut dalam mineralizer sehingga reaktan-reaktan dapat bereaksi dan membentuk *framework* zeolit sesuai dengan perbandingan Si/Al reaktan. Sedangkan fasa kristal merupakan fasa dimana produk zeolit telah terbentuk karena pengaruh

temperatur dan tekanan. Berikut merupakan tahap pembentukan zeolit dengan metode hidrotermal:



Gambar 2.4 Proses pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal (Cusdy dan Cox, 2005).

Sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakaolin dengan menggunakan metode hidrotermal telah berhasil dilaporkan (Gaugazeh dan Buhl, 2013; Mostafa, dkk. 2011; Heah, dkk. 2013; Rios, dkk. 2009; dan Alkan, dkk. 2005). Analisis hasil sintesis yang telah dilakukan menunjukkan bahwa zeolit NaA terbukti telah terbentuk dan mendominasi hasil sintesis.

Rasio molar silika dan alumina yang terkandung di dalam kaolin sangat berpengaruh terhadap terbentuknya zeolit NaA. Sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakaolin telah dilakukan dengan rasio molar silika dan alumina kurang dari 2 terbukti memberikan hasil dominan terhadap zeolit NaA yang terbentuk (Rios, dkk. 2007; Heah, dkk. 2013; Johnson, dkk. 2004). Kaolin dari daerah tertentu juga mempunyai rasio molar tertentu. Diantara kaolin tersebut ada beberapa yang mempunyai rasio molar silika dan alumina lebih dari 2. Sehingga, perlu adanya penambahan sumber alumina untuk menurunkan rasio molar silika dan alumina untuk mensintesis zeolit tertentu.

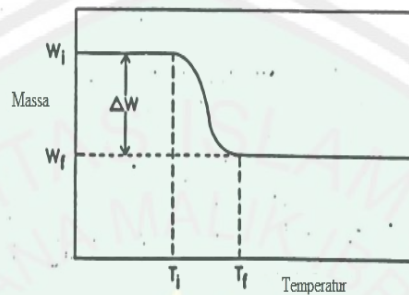
Temperatur dan waktu kristalisasi juga mempengaruhi kristalinitas zeolit NaA yang terbentuk. Zeolit NaA berhasil disintesis oleh Rios, dkk (2009), dengan temperatur 100 °C selama 24, 48, dan 70 jam. Kemudian zeolit yang terbentuk dianalisis menggunakan XRD. Hasil analisis menunjukkan bahwa semakin lama waktu kristalisasi, kristalinitas zeolit NaA juga semakin tinggi.

2.5 Karakterisasi Kaolin dan Zeolit NaA

2.5.1 Karakterisasi Kaolin Menggunakan *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Thermogravimetry Analysis* (TGA)

Thermogravimetri adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari temperatur ataupun waktu. Hasilnya biasanya berupa rekaman diagram yang kontinyu; reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik diperlihatkan pada Gambar 2.6. sampel yang digunakan, dengan berat beberapa miligram, dipanaskan pada laju konstan, berkisar antara 1 – 20 °C/menit, mempertahankan berat awalnya, W_i , sampai mulai terdekomposisi pada temperatur T_i . Pada kondisi pemanasan dinamis, dekomposisi biasanya berlangsung pada range temperatur tertentu, $T_i - T_f$, dan daerah konstan kedua teramati pada temperatur diatas T_f , yang berhubungan harga berat residu W_f . Berat W_i , W_f , dan ΔW adalah harga-harga yang sangat penting dan dapat digunakan pada perhitungan kuantitatif dari perubahan komposisinya, dan lain-lain. Bertolak belakang dengan berat, harga T_i dan T_f , merupakan harga yang bergantung pada beragam variabel, seperti laju pemanasan, sifat dari padatan (ukurannya) dan atmosfer di atas sampel. Efek dari atmosfer ini dapat sangat dramatis, seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.5 untuk dekomposisi CaCO_3 ; pada kondisi vakum, dekomposisi selesai sebelum ~ 500 °C, namun dalam CO_2 tekanan atmosfer 1 atm, dekomposisi bahkan

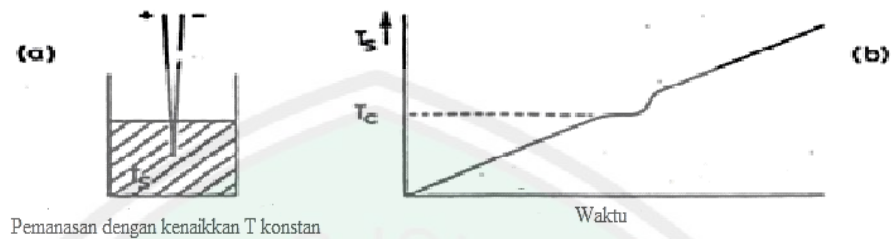
belum berlangsung hingga temperatur di atas 900°C . Oleh sebab itu, T_i dan T_f merupakan nilai yang sangat bergantung pada kondisi eksperimen, karenanya tidak mewakili temperatur-temperatur dekomposisi pada equilibrium (Ramachandran, dkk. 2002).



Gambar 2.5 Grafik hasil analisis menggunakan TGA (Ramachandran, dkk. 2002).

Analisis termal diferensial adalah teknik dimana temperatur dari sample dibandingkan dengan material referen inert selama perubahan temperatur terprogram. Temperatur sample dan referen akan sama apabila tidak terjadi perubahan, namun pada saat terjadinya beberapa peristiwa termal, seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada 70 sample, temperatur dari sample dapat berada di bawah (apabila perubahannya bersifat endotermik) ataupun di atas (apabila perubahan bersifat eksotermik) temperatur referen. Alasan penggunaan sample dan referen secara bersamaan diperlihatkan pada Gambar 2.6. Pada Gambar (a) sampel mengalami pemanasan pada laju konstan dan temperaturnya, T_s dimonitor secara kontinyu menggunakan termokopel. Temperatur dari sample sebagai fungsi dari waktu diperlihatkan pada Gambar (b); plotnya berupa suatu garis linear hingga suatu peristiwa endotermik terjadi pada sampel, misalnya titik leleh T_c . Temperatur sample konstan pada T_c sampai peristiwa pelelehan berlangsung sempurna; kemudian temperaturnya meningkat

dengan tajam untuk menyesuaikan dengan temperatur program (Ramachandran, dkk. 2002).

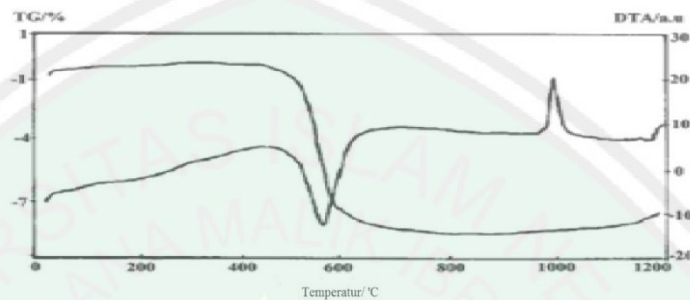


Gambar 2.6 Grafik hasil analisis menggunakan DTA (Ramachandran, dkk. 2002).

Peristiwa termal pada sample yang berlangsung pada T_c teramati sebagai deviasi yang agak luas dari slop baseline (b). Plot seperti ini tidak sensitif pada efek pemanasan yang kecil karena waktu yang diperlukan bagi proses sejenis ini bisa sangat singkat dan menghasilkan deviasi yang juga kecil. Lebih jauh lagi, beragam variasi tidak diharapkan dari baseline, yang bisa disebabkan oleh fluktuasi laju pemanasan, akan menyerupai peristiwa termal. Karena ketidaksensitivannya, teknik ini memiliki aplikasi yang terbatas; penggunaan utama pada awalnya adalah pada 'metode kurva pendinginan' yang digunakan pada penentuan diagram fasa; dimana temperatur sampel direkam pada proses pendinginan dan bukan pemanasan, karena efek panas yang diasosiasikan dengan solidifikasi dan kristalisasi biasanya cukup besar sehingga dapat dideteksi dengan metode ini.

Alkan, dkk. (2005), mengamati perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin dengan menggunakan DTA dan TGA. Berdasarkan hasil pengamatannya kaolin berubah struktur menjadi metakaolin pada temperatur 560 sampai 900 °C. Pada temperatur tersebut terjadi peristiwa dehidroksilasi dan perubahan struktur dari

kaolin menjadi metakaolin. Sedangkan pada temperatur lebih dari 900 °C terjadi dekomposisi dan perubahan struktur metakaolin menjadi silika amorf dan spinel. Berikut adalah hasil grafik analisis termal dari kaolin.



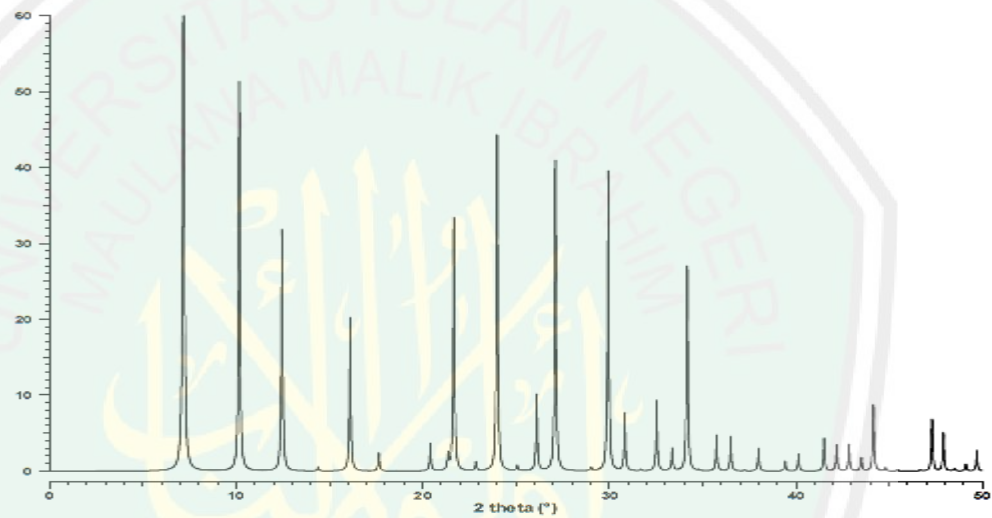
Gambar 2.7 Grafik analisis DTA/TGA kaolin (Alkan, dkk. 2005).

2.5.2 Karakterisasi Zeolit NaA menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

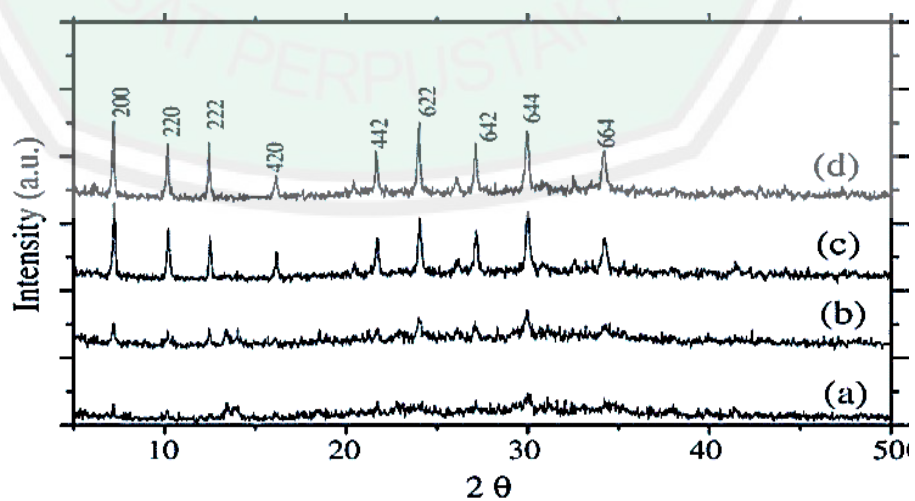
Analisis difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X dengan pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Indrawati, 2009). XRD digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal seperti struktur kristal, orientasi dari sel satuan, posisi atom dalam sel satuan, ukuran kristalinitas dan ketidaksempurnaan kisi (Ginting, dkk, 2005).

Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah apabila berkas sinar-X diarahkan pada material kristalin, maka atom-atom di dalam Kristal akan menyerap energy dan kemudian akan menghamburkan sinar-X kembali ke segala arah. Berkas sinar-X yang dihamburkan oleh atom jika sefasa maka akan saling menguatkan, akan tetapi jika tidak sefasa maka akan saling meniadakan.

Analisis kualitatif jenis mineral zeolit dilakukan dengan membandingkan difaktogram standard dari JCPDS (*Joint Commite on Powder Diffraction Standard*) dalam bentuk *Powder Diffraction File*. Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difaktogram yg identik, oleh karena itu, pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa (Nelson, 2003).



Gambar 2.8 Pola diffractogram zeolit NaA (Treacy dan Higgins, 2001).



Gambar 2.9 Pola difraktogram zeolit NaA (Alfaro, dkk. 2007).

Menurut Johnson, dkk (2014); Mostafa, dkk (2011); dan Alfaro, dkk (2007), zeolit A yang dianalisis dengan menggunakan XRD akan menghasilkan difactogram yang khas pada daerah $2\theta = 7 - 35^\circ$. Secara rinci menurut Rios, dkk (2009), dan Ismail, dkk (2013), zeolit NaA akan menghasilkan puncak pada daerah $2\theta = 7.14^\circ, 10.10^\circ, 12.38^\circ, 16.20^\circ, 21.58^\circ, 23.92^\circ, 27.00^\circ, 29.82^\circ, 34.08^\circ, 43.96^\circ, 61.33^\circ,$ dan 63.82° .

2.6 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 adalah logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan besi (Fe). Logam-logam tersebut dihasilkan dari kegiatan laboratorium yang dilakukan mahasiswa, laboran serta dosen, seperti kegiatan praktikum, penelitian atau jasa analisis yang menggunakan bahan-bahan yang mengandung logam berat seperti timbal, tembaga, dan besi (Yulianti, dkk. 2015).

Allah swt berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar Ruum Ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “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).

Ayat di atas menyebut darat dan laut sebagai tempat terjadinya fasad. Ini dapat berarti daratan dan lautan menjadi arena kerusakan, dapat juga berarti bahwa darat dan laut sendiri telah mengalami kerusakan, ketidak setimbangan, serta kekurangan manfaat. Laut telah tercemar sehingga, sehingga ikan mati dan hasil laut berkurang. Daratan semakin panas sehingga terjadi kemarau panjang. Alhasil keseimbangan lingkungan menjadi kacau. Inilah yang menganta ulama kontemporer memahami ayat ini sebagai isyarat tentang kerusakan lingkungan. 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

Penelitian ini dilakukan dalam upaya mengurangi kadar logam berat limbah logam laboratorium yang bisa mencemari lingkungan. Upaya pengurangi logam berat dilakukan menggunakan zeolit NaA yang disintesis dari kaolin sebagai adsorben. Diharapkan zeolit NaA sintesis dapat mengurangi kadar logam yang terkandung dalam limbah logam laboratorium, dengan demikian pencemaran lingkungan dapat dicegah.

2.7 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan suatu peristiwa dimana molekul-molekul dari suatu senyawa terikat oleh permukaan zat padat. Proses adsorpsi pada suatu adsorben terutama terjadi pada pori-pori kecil (mikropori). Sedangkan makropori hanya berperan sebagai tempat transfer adsorbat dari permukaan luar ke mikropori (Adli, 2012). Adsorpsi dibagi menjadi dua yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika terjadi apabila interaksi yang terjadi antara adsorben dan zat yang diadsorp adalah Van Der Waals. Sedangkan adsorpsi kimia ikatan yang terjadi antara adsorben dan zat yang diadsorb adalah kovalen. Pada dasarnya metode adsorpsi merupakan salah satu metode dari serangkaian metode yang digunakan untuk mengurangi kadar logam dalam limbah logam cair.

Sljivic, dkk (2009), menyatakan bahwa porositas dari suatu material sangat berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsinya. Secara umum ukuran pori yang semakin besar akan meningkatkan kemampuan adsorpsinya. Dalam laporannya, zeolit dan lempung mempunyai ukuran pori-pori yang berbeda. Berdasarkan

analisis pola adsorpsi dari zeolit dan lempung menggunakan adsorpsi nitrogen dan kapasitas adsorpsi menggunakan BET, didapat hasil bahwa zeolit mempunyai ukuran pori-pori dan kapasitas adsorpsi yang lebih besar dibandingkan dengan lempung. Hal ini didukung dengan penelitian yang dilakukan oleh Landeros, dkk (2013), yang juga melaporkan bahwa kemampuan adsorpsi zeolit lebih besar dibandingkan dengan lempung.

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Ismail, dkk (2013), adsorpsi dipengaruhi oleh jumlah atau dosis adsorben yang digunakan dan waktu kontak adsorpsi. Menurut laporannya permukaan yang semakin luas akan meningkatkan daya adsorpsi material terhadap suatu adsorbat (logam khususnya), tentu saja hal tersebut juga bergantung pada konsentrasi adsorbat yang ada. Selain itu suatu adsorben juga mempunyai waktu optimum dalam mengadsorpsi suatu logam, dimana daya adsorpsi suatu material berpori akan menurun apabila porinya sudah terisis penuh.

2.8 Penentuan Konsentrasi Logam Berat Menggunakan AAS

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 temperatur 2300 °C (Hendaya, 2001).

Prinsip dasar spektrofotometri serapan atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Spektrofotometri serapan atom merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Cara kerja spektrofotometri serapan atom ini berdasarkan atas penguapan larutan sampel dimana logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Setiap pengukuran dengan SSA harus menggunakan *hollow cathode* spesifik, misalnya menentukan konsentrasi tembaga dari suatu cuplikan, maka harus menggunakan *hollow cathode* khusus yang akan memancarkan energi radiasi yang sesuai dengan energi yang diperlukan untuk transisi elektron elektron atom. Besarnya penyerapan radiasi diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom dalam nyala (Hendaya, 2001).

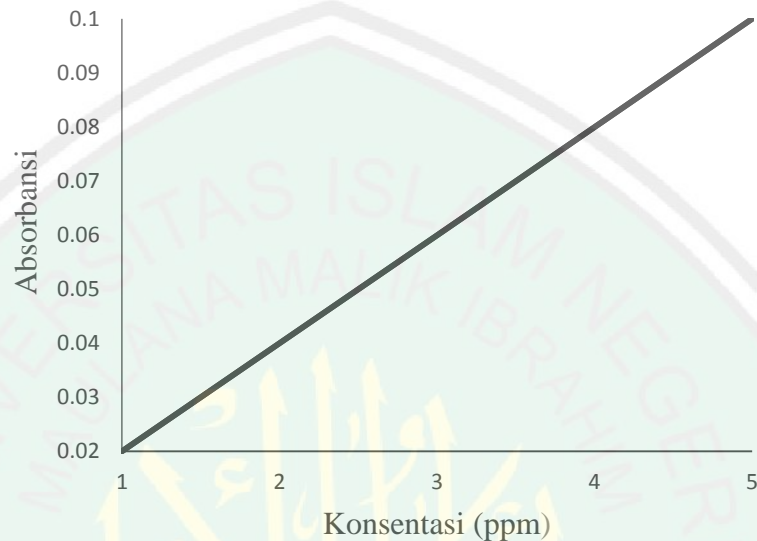
Sampel yang dianalisis dengan menggunakan menggunakan AAS harus dalam diubah terlebih dahulu menjadi atom-atom bebas. Ada tiga jenis atomisasi dalam analisis suatu senyawa menggunakan AAS, yaitu atomisasi dengan nyala, atomisasi tanpa nyala, dan atomisasi dengan pembentukan senyawa hidrida (Hendaya, 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. Temperatur pembakaran yang digunakan harus melebihi titik didih logam yang akan dianalisis. 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 filtrat 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.

2.9 Metode Kurva Standar

Konsentrasi sampel yang dianalisis secara spektrometri biasanya ditentukan dengan menggunakan 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 = $\epsilon \cdot B$ atau slope = $a \cdot b$, absorbansi larutan sampel diukur dan diinterpolasi kedalam persamaan regresi linear pada kurva standar (Alfian, 2007 ; dan Suprianto dan Lelifajri, 2009).



Gambar 2.11 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 dengan 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) :

$$\text{Kadar sebenarnya} = C_{\text{regresi}} \times P \quad (2.9)$$

Keterangan :

C_{regresi} = konsentrasi regresi

P = faktor pengenceran



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus – Desember 2016 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, botol *polypropylene* plastik, *X-Ray Diffraction* (Phillip tipe X'Pert MPD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Differential Thermal and Thermalgravimetry Analysis* (DTA/TGA), dan AAS (*Atomic Adsorption Spectrophotometer*).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah Kaolin, limbah logam cair laboratorium Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, akuabides, Natrium hidroksida (NaOH, 99 %, Sigma-Aldrich), dan Asam Nitrat (HNO₃).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian yang bersifat deskriptif. Penelitian deskriptif meliputi karakterisasi kaolin dan metakaolin menggunakan XRF dan DTA/TGA. Serta, sintesis dan karakterisasi zeolit NaA menggunakan XRD. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut, sintesis zeolit NaA dilakukan sebanyak 2 kali. Sintesis pertama dilakukan dengan bahan berupa kaolin, dan sintesis kedua dilakukan dengan bahan metakaolin. Metakaolin didapat dengan mengkalsinasi kaolin pada temperatur yang sesuai dengan hasil analisa

DTA/TGA. Kemudian masing-masing dari kaolin dan metakolin direaksikan dengan natrium hidroksida (NaOH) 3M dengan perbandingan solid/liquid 1:4. Kristalisasi dilakukan di dalam botol hidrotermal menggunakan temperatur 100 °C selama 48 jam. Hasil masing-masing sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakolin dikarakterisasi menggunakan XRD. Sementara uji aktivitas zeolit NaA sebagai adsorben dilakukan dengan mengadsorpsi logam timbal (Pb), besi (Fe), dan tembaga (Cu) pada limbah logam laboratorium jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Analisis kadar logam timbal (Pb) sebelum dan sesudah adsorpsi dilakukan menggunakan AAS.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi sampel
2. Karakterisasi Kaolin dan Metakolin menggunakan XRF dan TGA/DTA
3. Pengubahan kaolin menjadi metakolin
4. Sintesis zeolit NaA dengan perbandingan solid liquid 1:20.
5. Karakterisasi zeolit NaA menggunakan XRD.
6. Adsorpsi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam dengan zeolit NaA
7. Penentuan Kadar logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan AAS.
8. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin

Sampel kaolin dicuci dengan akuades untuk menghilangkan tanah yang menutupi permukaan kaolin. Kemudian kaolin dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh (Ismail, dkk. 2013). Selanjutnya sampel dicuci menggunakan asam klorida (HCl) 1M dengan perbandingan kaolin/HCl 1:4 (b/v) dan diaduk menggunakan strirrer selama 1 jam.. Kemudian sampel dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH filtrat 7 dan dikeringkan pada temperatur 120 °C selama 3 jam. Kemudian kaolin dikarakterisasi menggunakan XRF dan

DTA/TGA untuk mengetahui kandungan unsur kaolin dan temperatur perubahan kaolin ke bentuk metakaolin.

3.5.2 Karakterisasi Kaolin

3.5.2.1 Karakterisasi Kaolin 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 di tempatkan dalam sampel holder dan disinari dengan sinar-X.

3.5.2.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan Differential Thermal Analysis (DTA) dan Thermogravimetry Analysis (TGA)

Karakterisasi kaolin dengan menggunakan DTA/TGA bertujuan untuk mengetahui temperatur perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin. Sebanyak 54,6 mg sampel kaolin diletakkan pada sampel holder. Kemudian sampel dipanaskan pada temperatur berkisar 100 °C sampai dengan 1000 °C, dengan laju 10 °C/menit.

3.5.3 Pengubahan Kaolin Menjadi Metakaolin

Sampel metakaolin didapatkan dengan mengkalsinasi kaolin. Lima puluh gram kaolin dikalsinasi pada temeperatur sesuai dengan temperatur hasil karakterisasi kaolin menggunakan DTA/TGA yang menunjukkan temperatur perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin dengan waktu kalsinasi selama 1 jam (Alkan, dkk. 2005).

3.5.4 Sintesis Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin

Sintesis zeolite NaA yang dilakukan sesuai dengan penelitian yang sudah dilakukan oleh Alkan, dkk. (2005), dan Mostafa, dkk (2011). Masing-masing kaolin dan metakaolin direaksikan dengan NaOH 3 M dengan perbandingan kaolin/NaOH (b/v) 1:20, dan metakaolin/NaOH (b/v) 1:20. Masing-masing campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam sampai campuran menjadi homogen. Selanjutnya masing-masing campuran dipindahkan ke dalam botol hidrotermal yang berbeda dan kemudian dilanjutkan dengan kristalisasi pada temperatur 100 °C selama 48 jam (Rios, dkk. 2009).

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit NaA dengan rasio Solid/liquid

	Berat	Volume NaOH (mL)
Kaolin	10	200
Metakaolin	10	200

Kristal zeolit yang terbentuk dipisahk dengan cara disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat 7, kemudian masing-masing padatan zeolite NaA hasil sintesis dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 3 jam. Selanjutnya produk sintesis karakterisasi menggunakan XRD.

3.5.5 Karakterisasi Zeolit NaA Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel zeolit NaA hasil sintesis. 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 K α sebesar 1,541 Å dengan sudut 2 θ sebesar 2 – 60° dan kecepatan scan 0,02° / detik.

3.5.6 Persiapan Sampel Limbah Logam Laboratorium

Diambil limbah logam berat dari laboratorium sebanyak 1 L, lalu dimasukkan dalam beaker gelas, kemudian dihomogenkan. Kemudian limbah logam dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi mula-mula kadar tembaga (Cu), besi (Fe), dan timbal (Pb) pada limbah logam laboratorium. Sampel yang akan dianalisis didestruksi terlebih dahulu

3.5.7 Adsorpsi Logam Timbal (Pb), Besi (Fe), dan Tembaga (Cu) pada Limbah Logam Laboratorium Menggunakan Zeolit NaA

Sebanyak 50 mL limbah logam cair laboratorium yang telah dipreparasi diinteraksikan menggunakan adsorben zeolit NaA hasil sintesis dengan perbandingan adsorben : limbah logam (b/v) yaitu 1;25. Campuran adsorben dan limbah logam dishaker selama 90 menit dengan kecepatan 250 rpm. Kemudian dipisahkan antara adsorben dan limbah logam. Setelah itu filtrat yang dihasilkan diukur kadar logamnya dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*). Sampel yang akan dianalisis didestruksi terlebih dahulu. Percobaan dilakukan dengan 3 kali ulangan

3.5.8 Penentuan Kadar Logam Cu, Fe, dan Pb Menggunakan AAS

3.5.8.1 Kondisi Oprasional Analisis Logam Cu, Fe, dan Pb Menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*)

Sampel yang harus dianalisis menggunakan AAS harus dalam bentuk atom bebasnya. Sehingga logam timbal (Pb) yang akan dianalisis harus diubah menjadi bentuk atom bebasnya. Proses pengubahan timbal (Pb) dalam bentuk persenyawaan menjadi atom bebasnya dilakukan dengan menggunakan gas pembakar yaitu campuran udara asetilen dengan temperatur 2000 °C. Lampu katoda yang digunakan untuk analisis adalah lampu katoda timbal (Pb) sesuai dengan sampel yang akan dianalisis dengan arus 5 mA, lebar slit 0,5 nm, kecepatan alir gas pembawa 250 mL/min dan panjang gelombang maksimum yang digunakan dalam proses analisis adalah 283,3 nm untuk logam timbal (Pb), 248,3 nm untuk logam besi (Fe), dan 324,8 nm untuk logam tembaga (Cu) (Siraj dan Kitte, 2013; Dalman, dkk. 2005; dan Tuzen, dkk. 2003).

3.5.8.2 Preparasi Limbah Logam Sebelum Analisis Menggunakan AAS

Diambil limbah logam yang telah dipreparasi sebanyak 50 mL dan dimasukkan dalam beaker gelas 100 mL kemudian ditanda bataskan, kemudian ditambahkan 10 mL HNO₃ p.a. Selanjutnya, larutan sampel dipanaskan pada temperatur 70 °C selama 3 jam menggunakan *reflux*. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring whatman 42. Diambil 1 mL larutan hasil destruksi dan dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL lalu ditanda bataskan.

3.5.8.3 Pembuatan Larutan Standar Cu, Fe, dan Pb 10 mg/L

Dipipet masing-masing 1 mL larutan induk 1000 mg/L dari larutan timbal, besi, dan tembaga dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda batas dan dihomogenkan (Alfian, 2007).

3.5.8.4 Pembuatan Kurva Standar Logam Cu, Fe, dan Pb

Kurva standar logam besi (Fe) dan tembaga (Cu) dibuat mengukur masing-masing larutan standar logam besi (Fe), dan tembaga (Cu) konsentrasi 1,0 mg/L;

2,0 mg/L; 4,0 mg/L; dan 5,0 mg/L 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. Kurva standar logam timbal (Pb) dibuat dengan mengukur larutan standar (Pb) konsentrasi 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L menggunakan AAS. Larutan standar dibuat dengan cara memindahkan 1 mL; 2 mL; 4 mL; 8 mL; dan 1,4 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

3.6 Analisis Data

3.6.1 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. Jika rasio molar masih dalam rentang 1-2 maka kaolin langsung bisa dijadikan sebagai bahan awal dalam sintesis zeolit NaA tanpa penambahan sumber silika atau aluminat lain. Sementara jika rasio molar Si/Al < 1 atau Si/Al > 2 maka perlu adanya penambahan sumber silika atau aluminat lain.

3.6.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Thermogravimetry Analysis* (TGA)

Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan DTA/TGA yang diperoleh adalah berupa grafik yang menunjukkan perubahan struktur dan perubahan massa dari kaolin akibat pemanasan pada temperatur tertentu. Pola grafik dari hasil analisa kemudian dibandingkan dengan reference untuk mengatui perubahan struktur dan perubahan massa pada kaolin akibat pemanasan. Grafik Temperatur sampel dan referensi hingga saat sampel mengalami proses termal seperti, pelelehan, dekomposisi, atau perubahan struktur kristal dimana apabila grafiknya lebih rendah

dibandingkan temperatur reference maka proses endotermis dan jika grafik lebih tinggi dari temperatur reference maka proses eksotermis.

3.6.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit NaA Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Data hasil karakterisasi zeolit NaA menggunakan XRD yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Kristalinitas zeolit NaA ditentukan oleh kemunculan puncak pada daerah 2θ pada difraktogram. Selanjutnya pola puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya kristal zeolit NaA. Semakin tinggi intensitas puncak menandakan bahwa kristal zeolit NaA semakin banyak terbentuk.

3.6.4 Analisis Data Hasil Penentuan Kadar Cu, Fe, dan Pb Menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*)

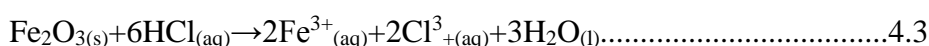
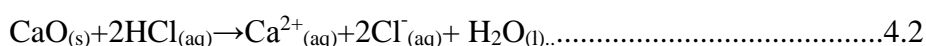
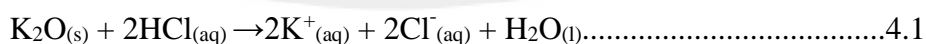
Data hasil penentuan kadar logam timbal (Pb), besi (Fe), dan tembaga (Cu) menggunakan AAS yang diperoleh adalah berupa Absorbansi. Kemudian absorbansi sampel yang diperoleh diinterpolasikan ke dalam persamaan linier $y = ax + b$ yang diperoleh dari kurva standar, dengan mensubstitusi variabel y sebagai nilai absorbansi. Sehingga didapat nilai x yang merupakan konsentrasi. Data konsentrasi logam timbal (Pb), besi (Fe), dan tembaga (Cu) pada limbah laboratorium yang didapat setelah perlakuan pada percobaan 3.5.8 disajikan dalam bentuk grafik.

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Kaolin

Preparasi kaolin dilakukan dengan dicuci menggunakan akuades kemudian dikeringkan pada udara terbuka. Pencucian dilakukan untuk menghilangkan pengotor berupa tanah yang menutupi permukaan kaolin. Selanjutnya kaolin dihaluskan dan diayak untuk memperluas permukaan kaolin.

Kaolin alam dan kaolin sintesis mengandung komponen utama berupa silikon (Si) dan alumunium (Al) sebagai penyusun kerangka kaolin. Akan tetapi, kaolin yang berasal dari alam lebih banyak mengandung pengotor berupa logam oksida dibandingkan dengan kaolin sintesis. Sehingga kaolin alam harus dicuci (*leaching*) terlebih dahulu menggunakan asam untuk menghilangkan pengotor berupa logam yang ada dalam kerangka kaolin. Pencucian dilakukan menggunakan asam klorida (HCl) 1 M dengan perbandingan kaolin/HCl (b/v) 1:1 dengan cara direndam selama 1 jam. Digunakan larutan HCl encer 1 M untuk menghindari larutnya alumunium kedalam asam sehingga akan mengurangi kandungan alumunium didalam kaolin. Berikut adalah reaksi antara HCl dan pengotor logam dalam kaolin (Pramtomo, dkk. 2013)



Kaolin disaring dan dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa anion Cl^- . Keberadaan anion Cl^- pada kaolin dapat diketahui dengan cara menambahkan

larutan perak nitrat (AgNO_3) pada filtrat hasil pencucian. Anion klorida harus dihilangkan dari kaolin karena akan mengganggu perombakan struktur kaolin oleh NaOH. Apabila Cl^- tidak dihilangkan maka akan bereaksi dengan NaOH membentuk NaCl yang dapat mengganggu proses sintesis zeolit NaA.

4.2 Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Sampel kaolin dalam penelitian ini diambil dari daerah Blitar Selatan. Karakterisasi kaolin dengan menggunakan XRF dilakukan untuk mengetahui kadar silikon dan aluminium, sehingga rasio Si/Al di dalam kaolin dapat ditentukan. Kandungan unsur didalam kaolin berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan instrument XRF disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam kaolin menggunakan metode XRF

Unsur	Konsentrasi (%)	
	sebelum cuci dengan HCl	setelah 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
Eu	0,11	0,05

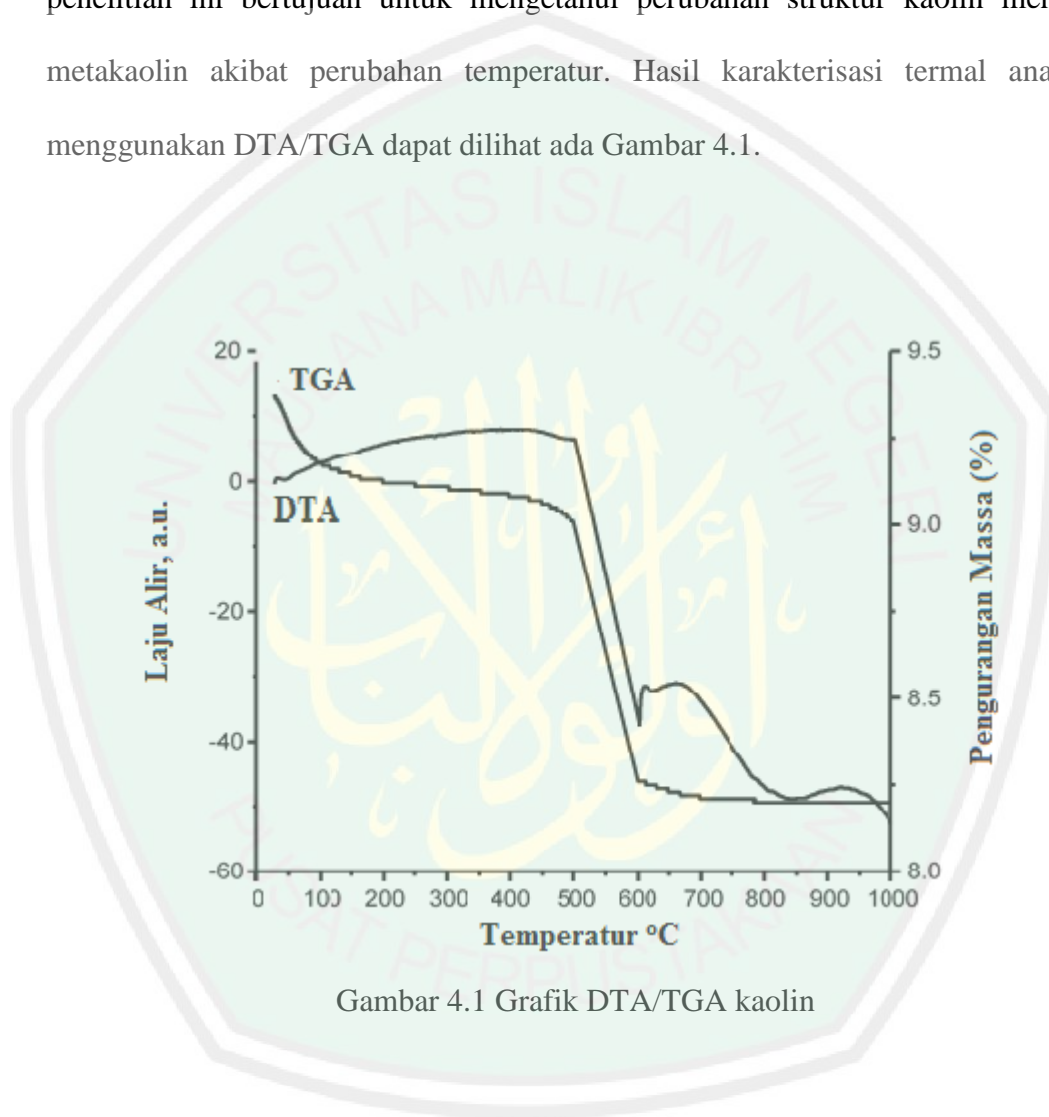
Berdasarkan Tabel 4.1 unsur yang paling banyak terkandung didalam kaolin adalah Si, diikuti dengan Al. Sehingga dapat dikatakan bahwa kaolin alam dari daerah Blitar Selatan merupakan jenis kaolin yang kaya akan kandungan silikon. Kandungan silikon meningkat setelah mengalami pencucian hal ini dikarenakan menurunnya persentase unsur lain dalam kaolin, sementara persentase aluminium mengalami penurunan karena mengalami dealuminasi.

Kandungan logam tembaga (Cu), dan nikel (Ni) didalam kaolin mengalami peningkatan setelah dicuci dengan asam. Tembaga 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 bertambah dikarenakan berkurangnya persensi logam lain karena larut dalam asam. Selain Cu, kadar Ni di dalam kaolin juga meningkat setelah pencucian kaolin menggunakan asam. Secara teori logam Ni dalam bentuk oksida tidak 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.

Rasio mol antara Si/Al didalam kaolin adalah 5,24. Zeolit NaA pada penelitian mempunyai rasio mol Si/Al 1,5, sehingga perlu adanya penambahan sumber Al dari luar untuk menurunkan rasio mol Si/Al. berdasarkan perhitungan, Al yang harus ditambahkan adalah seberat 14,906 gram per 10 gram kaolin.

4.3 Karakterisasi Kaolin Menggunakan DTA/TGA

Karakterisasi suatu material padatan dengan menggunakan DTA/TGA bertujuan untuk mengetahui kemurnian dan perubahan fasa material disebabkan pengaruh temperatur. Karakterisasi menggunakan DTA/TGA terhadap kaolin pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin akibat perubahan temperatur. Hasil karakterisasi termal analisis menggunakan DTA/TGA dapat dilihat ada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik DTA/TGA kaolin

Grafik TGA Gambar 4.1 menunjukkan massa kaolin semakin menurun dengan semakin meningkatnya temperatur. Penurunan massa kaolin pada rentang temperatur 0-100 °C mengindikasikan hilangnya molekul air, hal ini dikarenakan menguapnya molekul air yang mengalami perubahan fasa dari cair ke fasa gas. Penurunan massa kaolin pada rentang temperatur 150-550 °C menunjukkan

hilangnya senyawa-senyawa yang mempunyai titik didih pada rentang suhu tersebut menguap seperti nitrit, sulfat dan senyawa-senyawa organik. Pada rentang temperatur 500 °C ikatan antara gugus hidroksi yang berikatan dengan oktahedral alumina dipermukaan kaolin melemah dan putus. Peristiwa ini disebut dengan pre-dehidroksilasi. Temperatur 650-1000 °C kaolin tidak menunjukkan penurunan massa yang menandakan bahwa tidak adalagi senyawa yang hilang.

Grafik DTA pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa pada temperatur 50-450 °C terjadi reaksi eksotermis. Hal ini terjadi kaolin melepaskan energi dalam bentuk panas uap air. Sehingga energi pada kaolin lebih tinggi dibandingkan dengan *reference* berupa alumunium. Pada temperatur 500-650 °C terjadi reaksi dehidroksilasi yang mengakibatkan munculnya puncak endotermis. Pada peristiwa dehidroksilasi ikatan gugus hidroksil pada kaolin menyerap energi dan melemah kemudian terputus. Penyerapan energi ini menyebabkan energi dari kaolin yang terbaca oleh detektor lebih rendah dari *reference*. Terputusnya hampir semua gugus hidroksil dari kaolin menyebabkan struktur kristal kaolin rusak dan menjadi amorf. Fasa amorf dari kaolin inilah yang disebut metakaolin. Metakaolin akan terdekomposisi menjadi kuarsa dan feldspar pada temperatur lebih dari 850 °C.

4.4 Sintesis Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin dengan Metode Hidrotermal

Metode yang digunakan untuk mensintesis zeolit NaA dari kaolin adalah metode hidrotermal. Metode hidrotermal telah banyak digunakan untuk mensintesis zeolit NaA dari kaolin (Gaudazeh dan Buhl, 2013; Heah, dkk. 2013; Mostafa, dkk. 2011; Rios, dkk. 2009; dan Alkan, 2005). Tujuan dilakukan sintesis zeolit NaA dari kaolin adalah untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi dari kaolin. Menurut

Sljivic, dkk. (2007) adsorpsi dari kaolin akan meningkat setelah diubah menjadi zeolit.

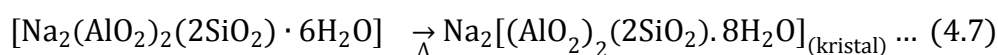
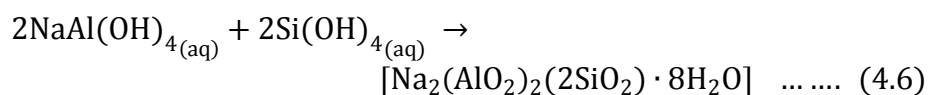
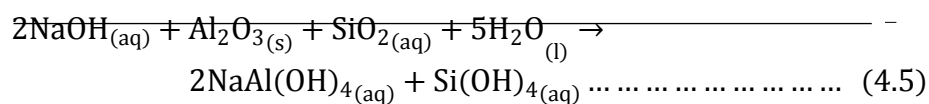
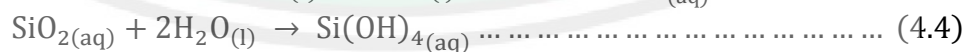
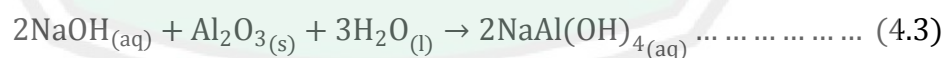
Sintesis zeolit dari kaolin dan metakaolin dilakukan melalui 2 tahap; (1) mereaksikan kaolin atau metakaolin dengan basa, (2) mengkondisikan sistem dalam keadaan hidrotermal. Sintesis zeolit NaA dari kaolin dan metakaolin dilakukan dengan menggunakan rasio molar Si/Al 1,5. Masing-masing kaolin dan metakaolin direaksikan dengan basa NaOH 3 M selama 24 jam. Rios, dkk (2009) menyatakan bahwa struktur kaolin tidak stabil pada kondisi basa. Natrium hidroksida merusak struktur kaolin dengan cara melarutkan aluminium sebagai penyusun kerangka kaolin membentuk spesi $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$. Sementara, silikon yang juga larut dalam basa akan membentuk spesi $[\text{Si}(\text{OH})_4]$. Pembentukan spesi aluminat lebih cepat dibandingkan dengan pembentukan spesi silikat. Spesi silikat yang terbentuk mempunyai sifat sangat reaktif karena pasangan elektron bebas dari atom oksigen (O) yang terikat pada silikon. Sehingga setelah spesi silikat terbentuk, spesi ini akan langsung bereaksi dengan spesi aluminat membentuk polimer alumina silikat.. Hasil analisis ini didukung oleh Zhang, dkk. (2009); dan Rocha dkk (1991), yang menyatakan bahwa berdasarkan identifikasi menggunakan instrumentasi NMR pada sintesis zeolit, Si dan Al akan membentuk spesi $[\text{Si}(\text{OH})_4]$ dan $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$.

Pembentukan spesi silikat $[\text{Si}(\text{OH})_4]$ dan aluminat $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ terjadi pada suasana basa dengan pH minimum pembentukan masing-masing spesi berbeda. Spesi aluminat terbentuk pada suasana pH sistem > 6 , sedangkan pada spesi silikat terbentuk pada suasana pH sistem > 9 . Pada kondisi pH asam aluminat yang terbentuk merupakan spesi kation aluminat oktahedral $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ (Chamber, 1975; dan Zhang, dkk. 2009). Spesi ini bukan merupakan komponen yang berperan

dalam sintesis pembentukan kerangka zeolit. Sehingga pada penelitian ini digunakan pH sistem 14 untuk memastikan terbentuknya spesi silikat $[\text{Si}(\text{OH})_4]$ dan spesi aluminat $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$.

Setelah campuran menjadi homogen, dilakukan kristalisasi menggunakan botol *polypropylene* (PP). Proses ini bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal. Proses hidrotermal dilakukan pada temperatur 100 °C selama 48 jam. Kondisi ini mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Rios, dkk (2009), bahwa kristalinitas zeolit NaA pada temperatur 100 °C semakin meningkat dengan bertambahnya waktu hidrotermal sampai 98 jam. Tetapi, berdasarkan hasil karakterisasi kristalinitas zeolit NaA yang telah dilakukan pada penelitian tersebut kristalinitas zeolit NaA dengan waktu hidrotermal 48 dan 98 tidak menunjukkan perubahan yang signifikan.

Secara umum mekanisme reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Zhely dan Widiatuti, 2012) :



Padatan kristal yang terbentuk berwarna putih, padatan kristal tersebut merupakan zeolit NaA hasil sintesis. Kemudian kristal zeolit NaA dipisahkan dan dikeringkan pada temperatur 120 °C selama 3 jam. Selanjutnya, kristal zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui jenis zeolit yang terbentuk.

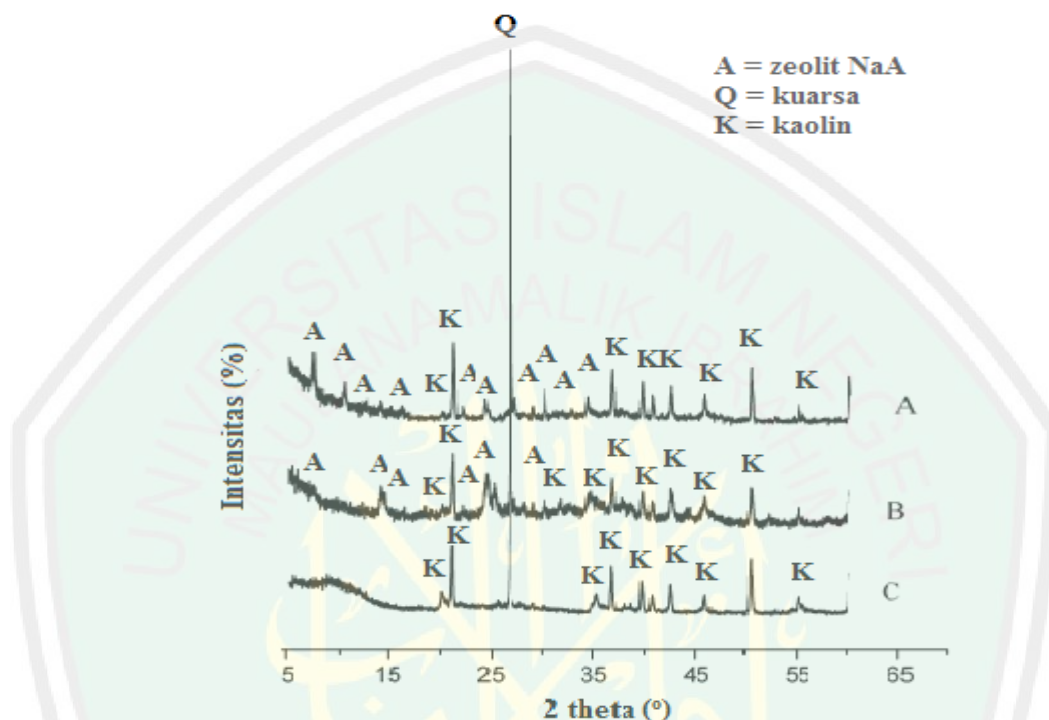
4.5 Karakterisasi Zeolit NaA Hasil Sintesis Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Instrumentasi XRD digunakan untuk mengetahui fasa dari suatu material. Material dengan fasa kristal akan menghasilkan puncak pada daerah 2θ tertentu. Pola-pola puncak tersebut dibandingkan dengan standar zeolit NaA dari *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001). Hasil karakterisasi zeolit NaA yang disintesis dari kaolin dan metakaolin menggunakan XRD dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Berdasarkan difraktogram Gambar 4.3 zeolit NaA berhasil terbentuk dengan mereaksikan kaolin dengan NaOH, dan metakaolin dengan NaOH. Terbentuknya zeolit NaA ditandai dengan munculnya puncak spesifik pada difraktogram di daerah 2θ 7° sampai 16° yaitu 7,20°; 10,19°; 12,49°; 14,40° dan 16,14° (Treacy dan Higgins, 2001). Hasil analisis menggunakan XRD menunjukkan bahwa zeolit NaA yang disintesis dari kaolin maupun metakaolin telah terbukti terbentuk ditandai dengan puncak yang muncul di daerah 2θ yaitu 7,19°; 10,22° 14,40°; dan 16,22°.

Terbentuknya zeolit NaA juga didukung dengan kemunculan puncak spesifik yang muncul di daerah 2θ rentang 30° sampai 35°, yaitu 30,83°; 32,51°; dan 34,21°. Puncak-puncak tersebut muncul dari difraktogram hasil analisis menggunakan XRD terhadap zeolit NaA yang disintesis dari kaolin maupun metakaolin. Puncak-puncak tersebut sesuai dengan puncak standar zeolit NaA.

Sementara difraktogram hasil analisis menggunakan XRD terhadap kaolin, puncak-puncak tersebut tidak muncul.



Gambar 4.3 Difraktogram XRD (A) zeolit NaA dari metakaolin; (B) zeolit NaA dari kaolin; dan (C) Kaolin.

Puncak zeolit NaA dari metakaolin lebih banyak dibandingkan dengan puncak zeolit NaA dari kaolin. Hal ini menandakan kemurnian zeolit NaA yang disintesis dari metakaolin lebih tinggi dibandingkan dengan zeolit NaA yang disintesis dari kaolin. Intensitas puncak zeolit NaA dari metakaolin juga lebih tinggi dibandingkan zeolit NaA dari metakaolin. hal ini menandakan bahwa kristalinitas zeolit NaA yang disintesis dari metakaolin lebih tinggi dibandingkan zeolit NaA yang disintesis dari kaolin. Kristal zeolit NaA lebih mudah terbentuk dengan mereaksikan metakaolin dengan NaOH daripada mereaksikan kaolin dengan

NaOH. Hal ini karena metakaolin lebih reaktif akibat struktur kaolin yang relatif kecil, dan cenderung amorf sedangkan kaolin memiliki struktur yang kokoh dan stabil. Sehingga metakaolin lebih mudah bereaksi dengan NaOH daripada kaolin.

Tabel 4.2 Dua theta (2θ) standard zeolit NaA, kaolin, dan Zeolit NaA sintetis

Standar zeolit NaA	Zeolit NaA dari kaolin	Zeolit NaA dari metakaolin
7,20°	7,19°	7,22°
10,19°	-	10,20°
12,49°	-	12,49°
14,40°	14,40°	-
16,14°	16,22°	16,09°
21,72°	-	21,73°
22,85°	-	22,83°
24,01°	-	24,01°
25,07°	25,05°	-
27,18°	-	27,09°
29,94°	30,12	29,93°
30,01°	30,13°	-
30,83°	-	30,83°
32,54°	-	32,51°
34,26°	-	34,21°
36,51°	-	36,51°
39,53°	39,55°	39,49°
40,23°	-	40,24°
41,51°	-	41,56°
43,51°	-	43,51°
44,16°	-	44,14°
47,30°	-	47,29°
47,91°	47,94°	-

Pada Tabel 4.2 puncak yang muncul pada 2θ difraktogram hasil analisis XRD terhadap zeolit NaA yang disintesis dari kaolin maupun metakolin menunjukkan bahwa kaolin masih terbentuk. Hal ini ditandai dengan tidak ada perubahan puncak di 2θ difraktogram kaolin dan zeolit NaA yang disintesis dari kaolin maupun metakaolin di daerah 2θ $20,9^\circ$ dan 25° dan 36° sampai 60° . Di daerah 2θ 36° sampai 60° puncak-puncak kaolin bercampur dengan puncak zeolit NaA. Intensitas dari puncak zeolit NaA lebih kecil daripada intensitas puncak kaolin. Sehingga seperti tidak ada perubahan puncak pada hasil difraktogram kaolin dan zeolit NaA hasil sintesis.

Terdapatnya kaolin yang masih terbentuk pada produk sintesis zeolit NaA yang disintesis dari metakaolin dikarenakan pembentukan metakaolin dari kaolin yang kurang sempurna. Hal ini dapat terjadi karena beberapa faktor antara lain adalah berat sampel dan bentuk cawan yang digunakan untuk proses pembuatan metakaolin. Analisa termal DTA menggunakan sampel skala satuan milligram (mg) sehingga pada proses pembuatan metakaolin, sampel kaolin berubah dengan sempurna menjadi metakaolin. Sementara, pada saat penelitian jumlah sampel yang digunakan menggunakan skala gram (g). Hal inilah kemungkinan yang mengakibatkan metakaolin tidak terbentuk sempurna. Selain itu bentuk cawan yang digunakan saat analisa menggunakan DTA adalah datar (*flat*), sehingga sampel dapat seluruhnya kontak dengan panas dan secara sempurna mengalami dehidroksilasi membentuk metakaolin. Sementara, pada saat penelitian cawan yang digunakan berbentuk mangkuk, hal ini mengakibatkan sampel yang paling banyak kontak dengan panas adalah pada daerah permukaan saja, sementara sampel

dibagian tengah dan dasar cawan kurang kontak dengan panas. Sehingga, reaksi hidrosilasi yang terjadi hanya pada bagian atas cawan.

4.6 Adsorpsi Logam Cu, Fe, dan Pb Menggunakan Zeolit NaA dan Kaolin

Limbah logam yang akan diadsorpsi ditentukan kadarnya terlebih dahulu menggunakan AAS, sehingga dapat diketahui seberapa banyak logam yang teradsorp oleh adsorben. Adsorben yang digunakan untuk mengadsorp logam berat tersebut diatas ada 3 jenis, yaitu kaolin, zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin, dan zeolit NaA hasil sintesis dari metakaolin. Masing-masing adsorben seberat 2 gram diinteraksikan dengan limbah logam laboratorium sebanyak 50 mL. berat adsorben mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Ismail, dkk (2013). Menurut penelitian Ismail, dkk (2013), yang melakukan variasi terhadap berat adsorben yaitu 0,5; 1; 1,5; 2 gram untuk mengadsorp logam dalam limbah buatan, penurunan kadar limbah terbanyak adalah ketika diinteraksikan dengan adsorben dengan berat 2 gram. Dalam penelitian dilakukan pengadukan dengan kecepatan 250 rpm menggunakan shaker selama 90 menit untuk mengoptimalkan proses adsorpsi.

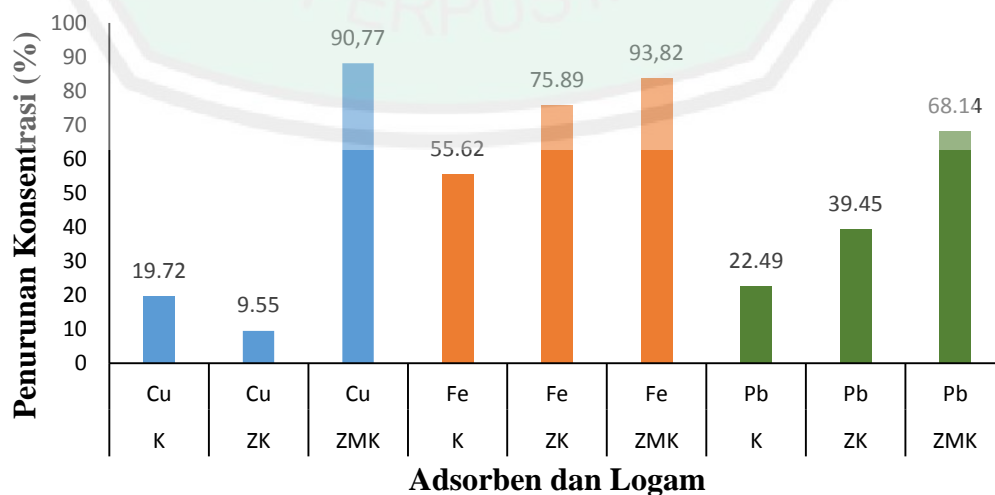
Campuran limbah dan adsorben dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring. Adsorpsi menggunakan zeolit NaA dan kaolin terhadap limbah logam laboratorium dapat menyerap gas ataupun partikel didalam limbah. Hal ini ditandai dengan filtrat yang berubah menjadi jernih setelah diadsorp. Filtrat hasil adsorpsi kemudian didestruksi menggunakan asam nitrat (HNO_3) selama 3 jam dalam refluks untuk merubah persenyawaan logam Pb, Cu, dan Fe menjadi senyawa yang lebih sederhana sehingga dapat dianalisa dengan menggunakan AAS. Logam yang

terkandung paling banyak di dalam limbah logam laboratorium adalah logam besi (Fe) yaitu sebesar 49,32 ppm.

Berdasarkan Gambar 4.2 konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb menurun secara bertahap setelah diadsorpsi dengan adsorben kaolin dan zeolit NaA. Akan tetapi, adsorben kaolin dan zeolit mempunyai kemampuan adsorpsi yang berbeda. Berdasarkan Tabel 4.3 zeolit NaA mampu mengadsorpsi lebih banyak logam dibandingkan dengan kaolin. Persentasi penurunan kadar logam Cu, Fe, dan Pb dapat disajikan dalam Gambar 4.4.

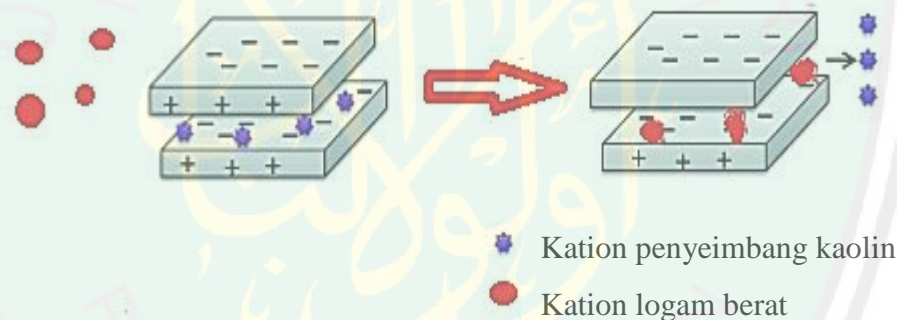
Tabel 4.3 Konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb setelah diadsorpsi

Logam	Sebelum diadsorpsi (ppm)	Adsorben		
		Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Metakaolin (ppm)
Cu	22,76	18,27	20,58	2,10
Fe	49,32	22,89	11,89	3,05
Pb	17,87	13,85	10,20	5,53



Gambar 4.4 Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb setelah Diadsorp dengan K (kaolin), ZK (zeolit NaA dari kaolin), dan ZMK (zeolit NaA dari metakaolin).

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

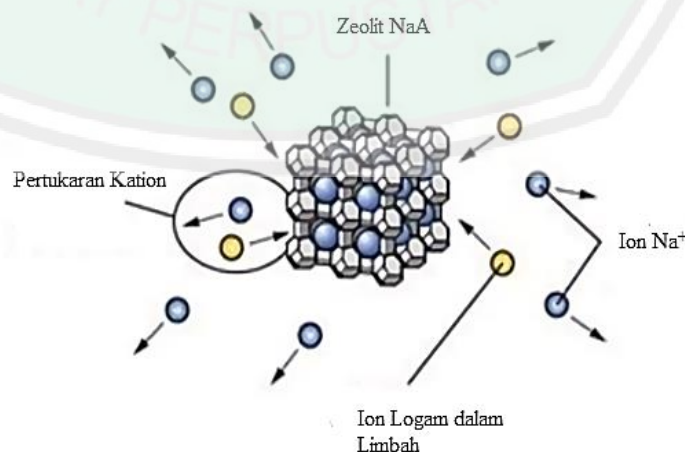


Gambar 4.5 Pertukaran ion (*ion exchange*) pada kaolin

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

Berdasarkan Tabel 4.2 kadar Cu, Fe, dan Pb mengalami penurunan setelah diadsorpsi menggunakan kaolin. Penurunan konsentrasi logam berat dalam limbah paling signifikan terlihat pada konsentrasi logam besi (Fe). Setelah diadsorpsi menggunakan kaolin penurunan kadar logam besi (Fe) mencapai 55,62 %.

Adsorpsi terhadap logam-logam berat menggunakan zeolit mampu menurunkan konsentrasi logam berat (Ismail, dkk. 2013). Zeolit yang digunakan sebagai adsorben merupakan zeolit NaA hasil sintesis dari bahan dasar kaolin dan metakaolin. Berdasarkan hasil adsorpsi limbah logam berat menggunakan zeolit NaA yang telah dilakukan warna limbah logam semakin jernih tetapi kejernihan tidak berbeda jauh. Bau limbah logam sebelum dan sudah diadsorpsi menggunakan zeolit juga tidak jauh berbeda. Hal ini dikarenakan struktur zeolit yang tidak banyak menyerap gas dan zat warna. Kerangka zeolit cenderung menyerap logam-logam berupa kation dengan prinsip *ion exchange*. Mekanisme adsorpsi zeolit terhadap kation dapat dilihat pada Gambar 4.6 dibawah ini.



Gambar 4.6 Pertukaran kation pada zeolit.

Berdasarkan Gambar 4.6 logam-logam kation akan masuk kedalam pori-pori zeolit NaA dan mendesak logam-logam kation alkali dan alkali tanah yang larut dalam air. Selain itu, zeolite NaA lebih selektif terhadap logam-logam transisi karena mempunyai ukuran lebih besar sehingga mudah dipolarisasi (Auerbach, dkk. 2003) Zeolit NaA cenderung mengadsorp kation dikarenakan rongga zeolit yang bermuatan negatif. Muatan negatif tersebut berasal dari kerangka tetrahedral alumina mampu menarik kation-kation yang bermuatan positif. Muatan negatif yang ada pada pori-pori zeolit NaA menyebabkan terjadinya *ion exchange*. Sehingga pada beberapa penelitian dilaporkan bahwa zeolit mampu mengurangi kadar logam berat.

Berdasarkan Tabel 4.3 kadar logam berat dalam limbah logam laboratorium menurun setelah diadsorp menggunakan zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin dan metakaolin. Penurunan kadar logam berat paling signifikan terlihat pada kadar logam Fe yaitu 75,89 % dengan adsorben zeolit NaA dari kaolin dan 93,82 % dengan adsorben zeolit NaA dari metakaolin.

Kaolin dan zeolit NaA sama-sama mempunyai kemampuan sebagai adsorben (Liu, dkk. 2013; Nibao, dkk. 2010; Biscup dan Subotic, 2004; Sari, dkk. 2007; Slijivic, 2009; El-khamash, dkk. 2005; dan Yavuz, dkk. 2003). Akan tetapi, antara kaolin dan zeolit NaA mempunyai kemampuan adsorpsi yang berbeda. Berdasarkan data penurunan logam Cu, Fe, dan Pb setelah diadsorp menggunakan kaolin dan zeolit NaA, zeolit NaA mampu menurunkan kadar Cu, Fe, dan Pb lebih banyak daripada kaolin.

Berdasarkan Tabel 4.2 secara umum kadar logam Cu, Fe, dan Pb menurun setelah diadsorp menggunakan kaolin dan zeolit NaA. Terlihat bahwa zeolit NaA

lebih banyak menurunkan kadar logam Cu, Fe, dan Pb daripada kaolin. Hal ini dikarenakan zeolit NaA mempunyai luas permukaan, diameter pori, dan kemampuan adsorpsi lebih besar daripada kaolin (Sljivic, dkk. 2009), sehingga dengan parameter tersebut zeolit NaA mampu mempunyai kemampuan adsorpsi yang lebih besar pula dibandingkan kaolin.

Zeolit NaA hasil sintesis dari metakaolin mampu menurunkan kadar logam Cu, Fe, dan Pb lebih banyak dibandingkan zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin. Hal ini dikarenakan ukuran pori zeolit NaA yang disintesis dari metakaolin lebih seragam dibandingkan zeolit NaA yang disintesis dari kaolin. Ukuran pori zeolit NaA yang disintesis dari kaolin kurang seragam karena kaolin yang belum berubah struktur menjadi zeolit NaA kemungkinan masih banyak. Sehingga zeolit NaA hasil sintesis dari kaolin bercampur dengan pengotor berupa kaolin yang belum berubah struktur menjadi zeolit.

Berdasarkan penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb dengan adsorben kaolin dan zeolit NaA, Fe adalah logam yang teradsorpsi paling banyak. Dalam larutan logam Cu, Fe, dan Pb berada dalam bentuk ion yaitu Cu^{2+} , Fe^{3+} , dan Pb^{2+} . Jari-jari ion Fe^{3+} adalah 78 pm, paling kecil di antara Cu^{2+} dan Pb^{2+} , hal ini menandakan bahwa ukuran dari ion Fe^{3+} . Sehingga ion Fe^{3+} lebih mudah masuk ke dalam lapisan kaolin maupun pori-pori zeolit. Selain itu, muatan dari ion Fe^{3+} paling besar dibandingkan dua logam lainnya. Sehingga Fe^{3+} lebih reaktif untuk berikatan dengan sisi aktif dari kaolin dan zeolit secara elektrotatis.

Konsentrasi logam Cu berdasarkan gambar 4.2 mengalami fluktuasi. Konsentrasi Cu teradsorpsi pada zeolit NaA dari kaolin lebih rendah dibandingkan pada kaolin. Hal ini disebabkan karena beberapa faktor seperti kondisi percobaan

diantaranya waktu reaksi adsorpsi dan kecepatan pengadukan. Ada 2 kemungkinan yang terjadi berdasarkan waktu reaksi adsorpsi yang digunakan. Pertama, waktu reaksi terlalu cepat sehingga interaksi antara adsorbat (Cu) dan adsorben kurang maksimal, sehingga adsorbat (Cu) terlepas dari adsorben dan digantikan adsorbat lain yang lebih reaktif dengan ikatan yang lebih kuat. Kedua, waktu reaksi yang terlalu lama dapat menyebabkan adsorbat (Cu) mengalami desorpsi dari sisi aktif adsorbat dan untuk berikatan kembali dengan adsorben adsorbat (Cu) mengalami kompetisi dengan adsorbat yang lain. Selain waktu reaksi, kecepatan pengadukan juga menjadi faktor penting dalam adsorpsi. Pengadukan yang terlalu cepat menyebabkan ikatan antara adsorbat dengan adsorben menjadi lemah dan terlepas, sehingga digantikan oleh adsorbat lain yang lebih reaktif (Nurdhila, dkk. 2015).

4.7 Hikmah Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan sumberdaya alam dalam upaya mengurangi kandungan logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium di Jurusan Kimia UIN Malang. Sumberdaya alam yang menjadi objek dalam penelitian ini adalah kaolin. Kaolin merupakan mineral lempung dengan kandungan utamanya adalah silika dan alumina. Kaolin mempunyai kemampuan untuk mengadsorp logam berat. Beberapa penelitian yang sudah disebutkan dalam bab sebelumnya, menunjukkan bahwa kemampuan adsorpsi kaolin dapat ditingkatkan dengan mengubah struktur kaolin menjadi struktur zeolit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit telah terbukti telah terbentuk dapat disintesis dari reaksi antara kaolin, NaOH, dan air. Zeolit yang terbentuk adalah zeolit NaA. Berdasarkan hasil uji adsorpsi yang dilakukan terhadap zeolit NaA untuk mengadsorp logam Cu, Fe, dan Pb ternyata zeolit NaA yang disintesis dari kaolin mampu mengurangi

kandungan logam berat pada limbah logam sebesar 90,77 % untuk logam Cu; 93,82 % untuk logam Fe; dan 66,14 % untuk logam Pb.

Manusia diberikan akal adalah untuk berfikir, akal manusia hendaknya digunakan untuk memikirkan, menganalisa, dan menafsirkan segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT. Hendaknya manusia mempercayai bahwa segala sesuatu di dunia ini diciptakan tidak ada yang sia-sia. Allah SWT. berfirman dalam surat Ali Imron ayat 191.

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ
وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطِيلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka.” (QS 3:191).

Atas penciptaan alam semesta ini, hendaknya kita menyadari tugas sebagai khalifah Allah, yang berkewajiban memakmurkan bumi serta menjadi rahmat bagi alam sekelilingnya, dengan menggali, meneliti dan memanfaatkan segala ciptaan Allah. Termasuk kaolin yang merupakan bagian terkecil dari sesuatu yang diciptaan Allah. Berdasarkan hasil penelitian ini ternyata kaolin mempunyai kemampuan sebagai adsorben. Kemampuan adsorben dari kaolin ternyata dapat ditingkatkan dengan mengubahnya menjadi zeolit. Hal ini membuktikan bahwa Allah menciptakan kaolin di muka bumi ini tidaklah sia-sia. Potensi dari kaolin dapat terus digali apabila manusia berfikir dengan ilmu pengetahuan.

Penelitian ini menunjukkan dengan adanya ilmu pengetahuan, kita mampu untuk mengelola sumber daya alam dengan optimal. Penelitian-penelitian yang telah dilakukan, dengan menggunakan berbagai metode kegunaan kaolin dapat

ditingkatkan seperti sebagai katalis, penukar ion, pengemban obat dan masih banyak lagi. Hal ini menunjukkan ilmu pengetahuan sangat penting bagi kehidupan manusia di dunia dan dalam satu objek kecil saja terdapat banyak ilmu pengetahuan yang belum terungkap. Allah SWT berfirman dalam surat Al Kahfi ayat 109 :

قُلْ لَوْ كَانَ الْبَحْرُ مِدَادًا لِكَلِمَاتِ رَبِّي لَنَفِدَ الْبَحْرُ قَبْلَ أَنْ تَنْفَدَ كَلِمَاتُ رَبِّي وَلَوْ جِئْنَا

بِمِثْلِهِ مَدَدًا ﴿١٠٩﴾

Artinya: “Katakanlah: "Kalau sekiranya lautan menjadi tinta untuk (menulis) kalimat-kalimat Tuhanku, sungguh habislah lautan itu sebelum habis (ditulis) kalimat-kalimat Tuhanku, meskipun Kami datangkan tambahan sebanyak itu (pula).” (QS 18:109).

Surat Al Kahfi ayat 109 menjelaskan bahwa ilmu pengetahuan Allah SWT tidak akan pernah habis digali dan dituangkan ke dalam tulisan. Seumpama air laut adalah tinta, air laut tersebut tidak akan cukup untuk menuliskan ilmu pengetahuan yang Allah SWT ciptakan, bahkan jika air laut tersebut ditambahkan sebanyak sama dengan awalnya, ilmu pengetahuan yang Allah SWT ciptakan masih tidak dapat tertuliskan semua (Yahya, 2015). Tafsir tersebut menjelaskan bahwa ilmu pengetahuan yang diciptakan oleh Allah SWT tidak terhingga. Manusia tidak akan mampu mengungkap semua ilmu pengetahuan yang diciptakan Allah SWT. Pengetahuan yang ada dalam kaolin mungkin hanya sebagian kecil saja dari pengetahuan Allah SWT dan apabila diteliti lebih lanjut mungkin ilmu pengetahuan mengenai kaolin pun tidak akan habis. Hal ini seharusnya menambah keyakinan kita terhadap kebesaran dan kekuasaan Allah SWT.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

. Zeolit NaA dapat disintesis dari kaolin dan metakaolin. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa zeolit NaA yang disintesis dari kaolin dan metakaolin masih bercampur dengan kaolin. Zeolite NaA dari metakaolin memiliki fasa kristal lebih baik dibandingkan dengan zeolit NaA dari kaolin. Selain itu, kemurnian zeolite NaA dari metakaolin lebih tinggi dibandingkan dengan zeolit NaA dari kaolin.

Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan kaolin berturut-turut sebesar 19,55 %; 55,62 %; dan 22,49 %. Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan zeolit NaA dari kaolin berturut-turut sebesar 9,55 %; 75,89 %; dan 39,45 %. Sementara Persentase penurunan konsentrasi logam Cu, Fe, dan Pb pada limbah logam laboratorium setelah diadsorpsi menggunakan zeolit NaA dari metakaolin berturut-turut sebesar 90,77 %; 93,82 %; dan 68,14%.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan peneliti menyarankan:

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan pembuatan metakaolin, sebaiknya menggunakan variasi waktu pemanasan untuk mengetahui waktu terbaik terbentuknya metakaolin.
2. Proses hidrotermal dilakukan dengan menggunakan Teflon (*hydrothermal bomb*).

DAFTAR PUSTAKA

- Adli, Hadyan. 2012. Pengolahan Limbah Cair Laboratorium dengan Metode Presipitasi and Adsorpsi untuk Penurunan Kadar Logam Berat. *Skripsi*. Depok: Fakultas MIPA Universitas Indonesia
- Alfaro, S., Rodinguez, C., Valenzuela, M. A., and Bosch, P. 2007. Aging Time Effect on The Synthesis of Small Crystal LTA Zeolites in The Absence Organic Template. *Material Letters*. Vol. 61 pp. 4655-4658.
- Al-Jazairi, Abu Bakar Jabir. 2009. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar*. Penerjemah: Amaliy, F and Suwanto, E. Jakarta: Darus Sunnah
- 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.
- Aurbach, Scott. M., Carrado, K. A., and Dutta, Pradi. K. 2003. *HandBook of Zeolite Science and Technology*. New York : Marcel Dekker . Inc.
- Balver, C., Munoz, M., and Vicence, A. 2002. Chemical Activation of a Kaolinite Under Acid and Alkaline Condition. *Chem Matter*. Vol. 14 pp. 2033-2043.
- Bakri, R., Utari, T., and Puspita, I.S. 2008. Kaolin Sebagai Sumber SiO₂ untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂ : Karakterisasi and Uji Katalitik pada Hidrogenasi Benzene Menjadi Sikloheksana. *MAKARA SAINS*. 412. pp 37-42.
- Basaldella, E. L., Kikot, A., and Pereire, E. 1990. Synthesis of Zeolites from Mechanically Activated Kaolin Clays. *Reactivity of Solids. Elsevier*. Vol. 8 pp. 169-177.
- Beiser, Arthur. 1992. *Concepts of Modern Physics. 3rd Edition*. Penerjemah: Liong T.H. Jakarta: Erlangga.
- Cundy, C. S, and Cox, P. A. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites : Precursor, Intermediates, and Reaction Mechanism. *Elsevier. Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 82, pp. 1-78.
- 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.
- De Lucas, A., Uguina, M. A., Covian, I., and Rodugues, L. 1992. Synthesis of 13 Zeolite from Calcined Kaolin and Sodiumsilicate for Use Detergen. *Ind. Eng Chem Res*. Vol. 31 pp. 2134-2140.

- Ekosse, G. E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry X-ray Powder Diffractometry as Complementary Technique in Characterizing Clay Size Fraction of Kaolin. *Journak Appl Sci Envi Mgt*. Vol9. pp 43-48.
- El-Eswed, Bassam., Yousef, Rushdi., Alshaar, Mazen., Khalili, Fawwas., and Khoury, Hani. 2014. Alkali Solid-State Conversion of Kaolin and Zeolite to Effective Adsorbents for Removal of Lead from Aqueous Solution. *Desalination and Water Threatmen*. Vol. 8 pp. 124-130.
- El-Khamash, A. M., Zaki, A.A., and Abed El Galeel, M. 2005. Modeling batch kinetics and thermodynamics of zinc and cadmium ions removal from waste solutions using synthetic zeolite A. Elsevier. Vol. B127, pp. 211-220.
- Fakhri, J. 2010. Sains and Teknologi dalam Al-Qur'an and Implementasinya dalam Pembelajaran. *TA' BID*. Vol. 15 No. 01, pp. 122-142.
- Flanigen, E. M., Khatami, H., and Szimanzki. 1971. Infrared Structure Studies of Zeolite Framework, Molecular Sieves Zeolite-I. *American Society Advances in Chemistry Science*. No. 1 pp. 201-209.
- Ginting, Ilias. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar-X dengan Metode Hanawalt. *Prosiding Seminar Nasional Sains and Teknik Nuklir P3TkN – BATAN*. Bandung.
- Gaugazeh, M., and Buhl, J. Ch. 2013. Synthesis and characterization of zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian kaolin. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Science. and Elsevier*.
- Heah, C.Y., Kamarudin, H., Al Bakri, Mustofa A. M., Bnhussain, M., Luqman, M., Nizar, K., Ruzaidi, C.M., and Liew, Y.M. 2013. Kaolin Based Geopolymers with Various NaOH Concentration. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. Vol. 20, No. 3, pp. 313-end.
- Hendaya, Sumar. 2001. *Kimia Analitik Instrumen* edisi kesatu. (Semarang: 2001)
- Indrawati, Lina. 2009. Aktivasi Abu Layang Batubara and Aplikasinya pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr dalam Limbah Elektroplating. *Tugas Akhir II*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Ismagilov, Z. R., dkk. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The Scientific World Journal*, 498345-498359
- 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. *Journal of Chemical Sciences. International Science Congress Association*. Vol 5. pp 93-98.

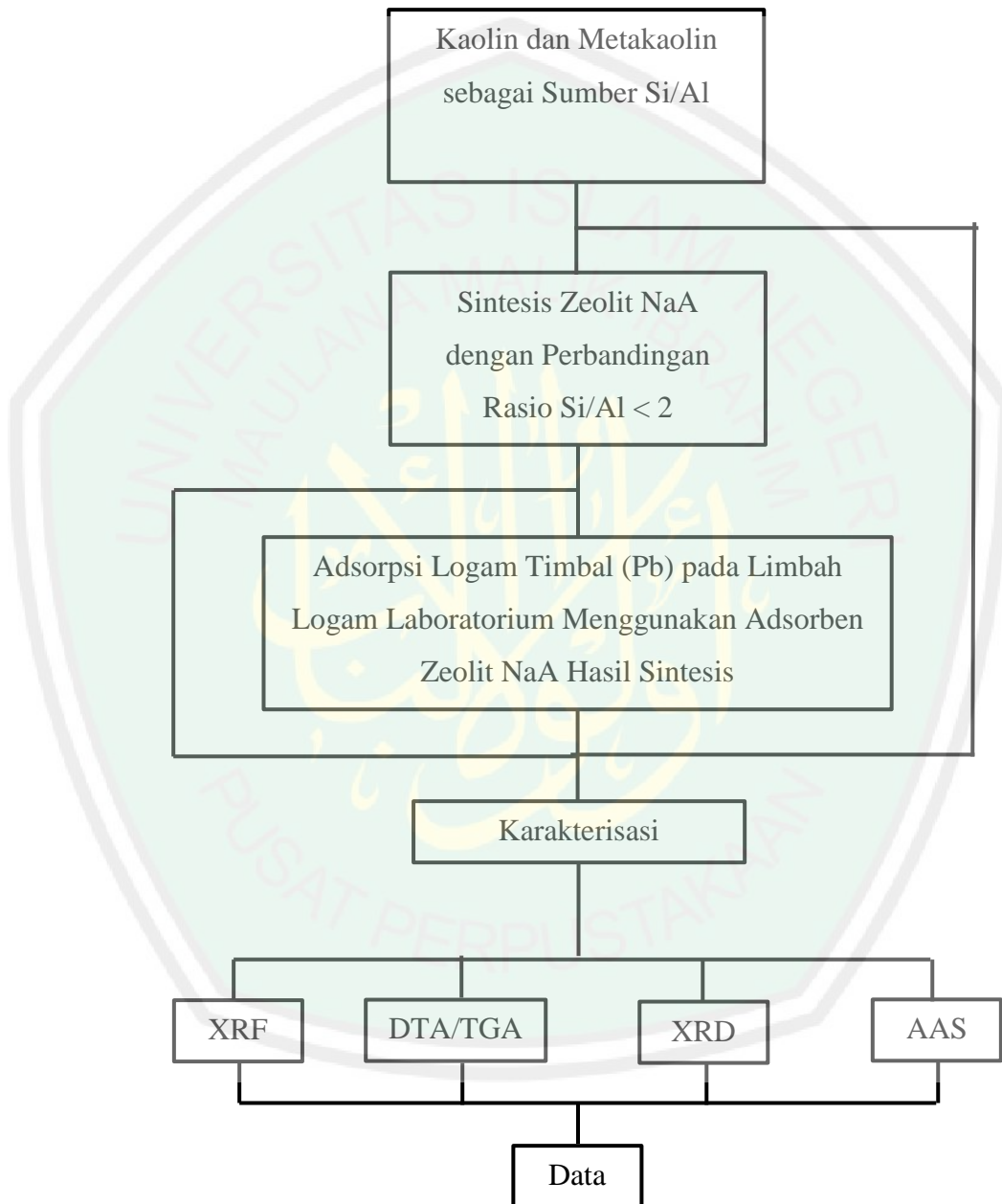
- Johnson, E. G. B., Arsyad, S. E., and Asik, J. 2014. Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA Using Natural Kaolin From K.G. Gading Bonggawan Sabah. *Journal of Applied Sciences*. Vol. 14, No. 23, pp. 3282-3287.
- Juberg, D. R., and Ross, G.L. 2000. Lead and Human Health an Update. New York: American Council on Science and Health.
- Kallai, Heller L., and Lapidés, I. 2007. Reaction of Kaolinites and Methakaolinites with NaOH- Comparison of different samples (Part 1). *Applied Clay Science*. Vol. 35, pp. 99-107.
- Kementerian Agama RI. 2012. *Tafsir Ilmu: Penciptaan Manusia Dalam Perspektif Al-Qur'an and Sains*. Jakarta: PT. Sinergi Pustaka Indonesia.
- Kiti, E. V. 2012. Synthesis of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Tesis*. Kumasi: Kwame Nkrumah University of Science and Technology Kumasi.
- Kleppe, T. S., and McKeveley, V. E. 1976. Lead in Environment. Washington DC: Government Publishing.
- Kwakyee-Awuah, B., Von-Kiti, E., Buamah, R. Nkrumah, I., and Williams, C. 2014. Effect of Crystalization Time on the Hydrothermal Synthesis from Kaolin and Bauxite. *International Journal of Science and Engineering Research*. Vol 5 pp 734-741.
- Landeros, C. R., Diaz, C., Bilyeu, B., Guerrero, V., and Nunez, U. 2013. A Review on Cr (IV) Adsorption Using Inorganic Materials. *American Journal of Analytical Chemistry*. Vol. 4, pp. 8-16.
- Lasut, R. 2006. *Implementasi Manajemen Bahan Kimia and Limbah Laboratorium Kimia*. Semarang : Universitas Diponegoro
- Lee, J. D. 1991. *Concise inorganic chemistry*. Chapman and Hall : London
- Liu, H., Peng, S., Shu, L., Chen, T., Bao, T., and Frost, R. L. 2013. Magnetic zeolite NaA: Synthesis, characterization based on metakaolin and its application for the removal of Cu^{2+} , Pb^{2+} . Elsevier. Vol. 91, pp. 1539-1546.
- Miao, Q., Zhou, Z., Lu, J., Yan, S., and Wang, J. 2009. Synthesis of Zeolite NaA from Kaolin Source. *Research Article. Front English China Chem*. Vol 3 pp. 8-11.
- Mostafa, A. A., Youssef, N.F., Sorrou, M.H., Tewfik, S.R., and Shalaan, H.F. 2011. Utilization of Egyptian Kaolin for Zeolite A Preparation and Performance Evaluation. *IPCBE*. Vol 6 pp. 43-48.

- Murrat, M., Amakrane, H., Bastide, J. P., and Montanaro, L. 1991. Synthesis of Zeolite from Thermally Kaolinite . Some Observation on Nucleation Growth. *Clay Mineral*. Vol 27 pp. 119-130.
- Murray, H.H. 2000. Traditional and new Application for kaolin, smectite, and polygroskite. A general view. *Appl Clay Sci*. Vol. 17 pp. 207-221.
- Murtini, Hastuti, R., Gunawan. 2005. Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) Dalam Air Sumur, Air Laut And Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS. *Skripsi S-I*. Jurusan Kimia FMIPA UNDIP. Semarang.
- Nelson, Stephen A. 2003. *Mineral Chemistry*. (Online), <http://www.tulane.edu/~sanelson/eens211/mineralchemistry.htm>, diakses 10 Juni 2016.
- Nibou, D., Mekatel, H., Amokrane, S., Barkat, M., and Trari, M. 2010. Adsorption of Zn²⁺ ions onto NaA and NaX zeolites: Kinetic, equilibrium and thermodynamic studies. Elsevier. Vol. 173, pp. 637-646.
- Nurdhila, F. M., Asri, N. S., and Surhayadi, E. 2015. Adsorpsi Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Buatan Menggunakan Nanopartikel Cobalt Ferrite (CoFe₂O₄). *Jurnal Fisika Indonesia*. No. 55, Vol.19, pp.23-27.
- Pramtomo, I., Wardhani, S., and Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi and Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi Untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. Universitas Brawijaya Malang. 2(1) : 358-364.
- Ramachandran, V. S., Paroli, R. M., Beaudoin, J. J., Delgado, A. A. 2002. *Handbook of Thermal Analysis of Constructions Materials*. New York : William Andrew Publishing.
- Religion Dept. 1993. *Al-Qur'an and Tafsirnya Jilid VII Juz 19-20-21*. Semarang: Religion Dept. Republic of Indonesia.
- Rocha, Joao., and Klinowski, Jacek. 1991. Synthesis of Zeolite NaA from Methakaolin Resivited. *J. Chem. Soc. Faraday Trans*. Vol. 18 pp. 3091-3097.
- Rios, C. A., Williams, C. D., and Maple, M. J. 2007. Synthesis Zeolite and Zeolitype by Hydrothermal Transformation from Kaolin and Metakaolin. *Bistua*. Vol. 5 pp. 15-26.
- Rios, C. A., Williams, C. D., and Fullen , M. A. 2009. Nucleation and Growth Hystory of Zeolite LTA Synthesis from Kaolinite by Two Methods. *Elsevier. Applied Clay Science*. Vol. 42 pp. 446-454.

- Said, Muhammad. 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*
- Saputra, R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri.. S1 : s.n.
- Schubert, U., and Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.
- Sessarita, A., Suryono, A., and Sarwono. 2015. Kualitas Pelayanan Publik Biandg Penanaman Modal (Studi di Kantor Pelayanan Terpadu Satu Pintu). *Reformasi*. Vol. 5, No. 1, ISSN 2088-7469 (paper), ISSN 2407-6864 (online).
- Sljivic, M., Smicikles, I., Pejanovic, I., and Plecas, I. 2009. Comparative Study of Cu^{2+} Adsorption on a Zeolite, a Clay, and Diatomite from Serbia. *Elvesier. Applied Clay Science*. Vol. 143, pp. 33-40.
- Sivapullaiah, P. V, and Manju. 2005. Kaolinites : Alkaline Interaction and Effect of Basic Properties. *Journal Geotechnical and Geological Engeneering*. Vol. 23, pp. 601-614.
- Soemirat, J. 2005. *Toksikologi Lingkungan*. Penerbit Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Sperinck, S., Raiteri, P., Nigel, M., and Wight, K. 2010. Dehydroxylation of Kaolinite to Metakaolinites- a Molecular Dinamics Study. *Springer. Journal of Materials Chemistry*. Vol. 21, pp. 2118-2125.
- 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.
- Sudjianto, A.T. 2012. *Pemodelan Perilaku Kembang Tiga Dimensi Tanah Lempung Ekspansif Menggunakan Oedometer Modifikasi*. Yogyakarta: UGM
- Sugiarti, M. 2012. Sintesis Hidrotermal and Karakterisasi Kristal Titanium Dioksida (TiO_2). *Skripsi S-1 IPB*. Bogor.
- 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.
- Suprihatin, Indrasti, S., N. 2010. Penyisihan Logam Berat Dari Limbah Cair Laboratorium Dengan Metode Presipitasi And Adsorpsi. *Makara, Sains*, VOL. 14, NO. 1.

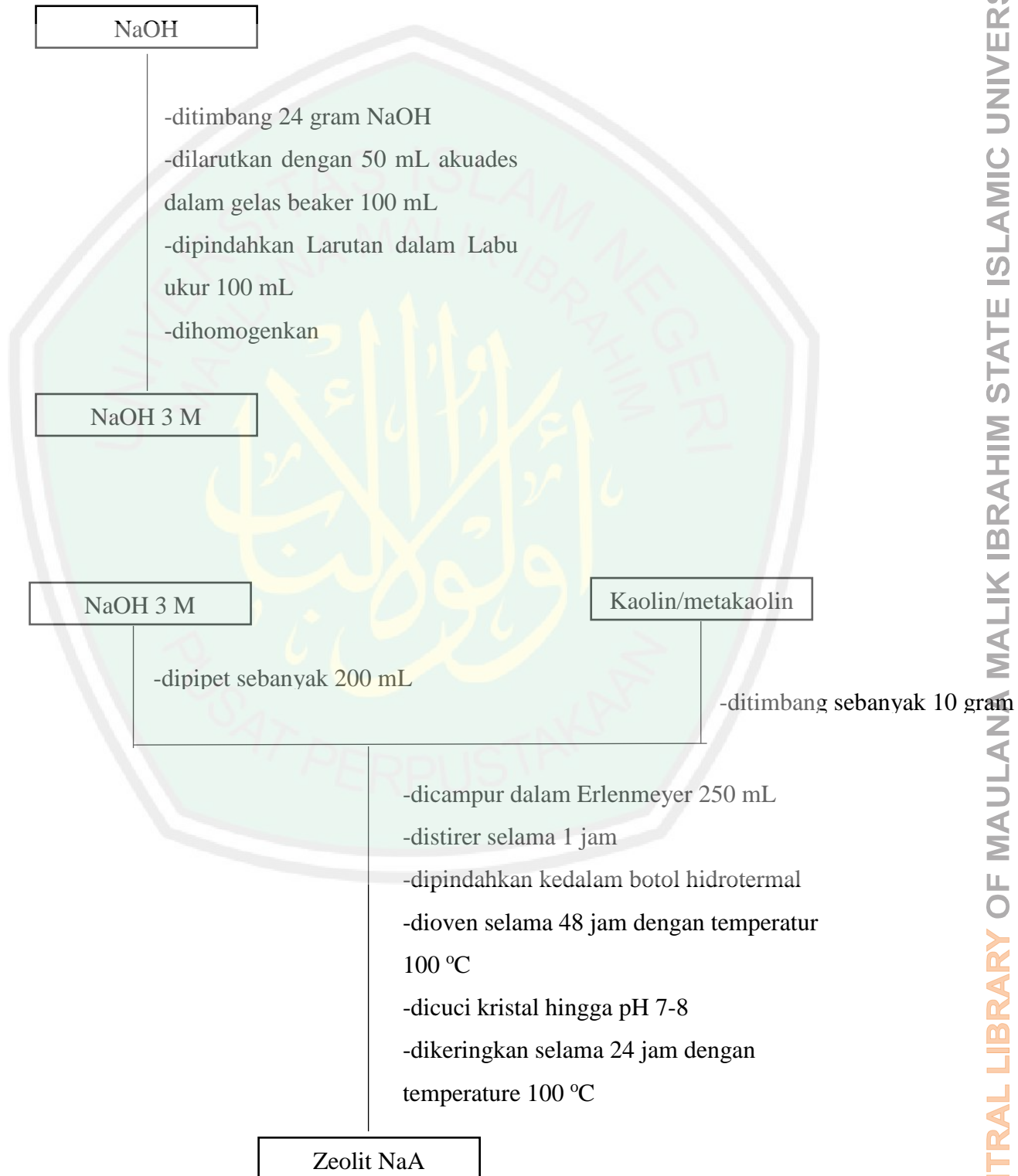
- Treacy, M.M.J., and Higgins, J.B. 2001. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites Structure. *Commission of the International Zeolite Association, Fourth Revised Edition*.
- Tuzen, M. 2003. Determination of Heavy Metals in Fish Samples of the Middle Black Sea (Turkey) by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. *Elsevier. Food Chemistry*. Vol. 80, pp. 119-123.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., and Meng, C. 2013. Synthesis of Zeolite X From Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 88: 1350–1357.
- Wasito, 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, pp. 245-248.
- Warsito, S., Sriatun, and Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-CTAB) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir S1 Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.
- World Health Organization. 2010. Childhood Lead Poisoning. New York: Library of WHO.
- Zhang, B., McKenzie, J. K. D. and Brown, I. W. M. 2009. Crystalline Phase in Formation in Metakaolin Geopolymers Activated with NaOH and Sodium Silicate. *Springer*. Vol. 44, pp. 4668-4676.
- Zhely N.H.M., and Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara and Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika and Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

LAMPIRAN 1
KERANGKA PENELITIAN



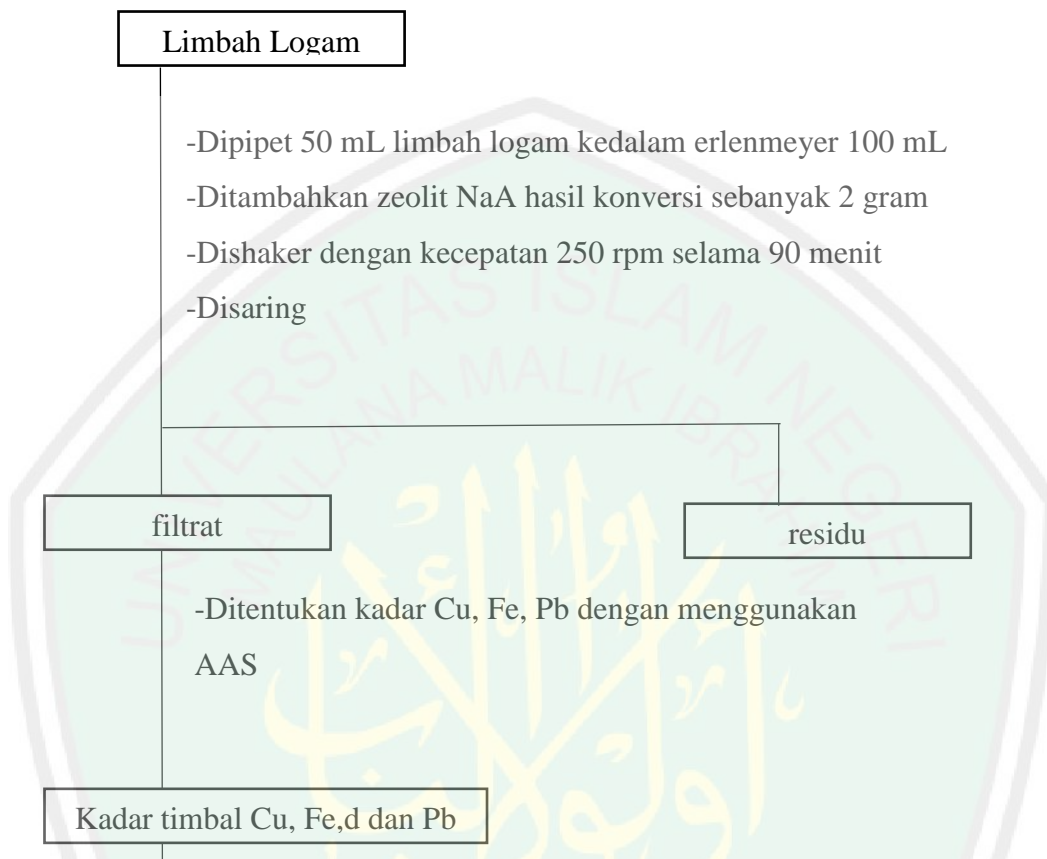
LAMPIRAN 2
DIAGRAM ALIR

1. Sintesis zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin



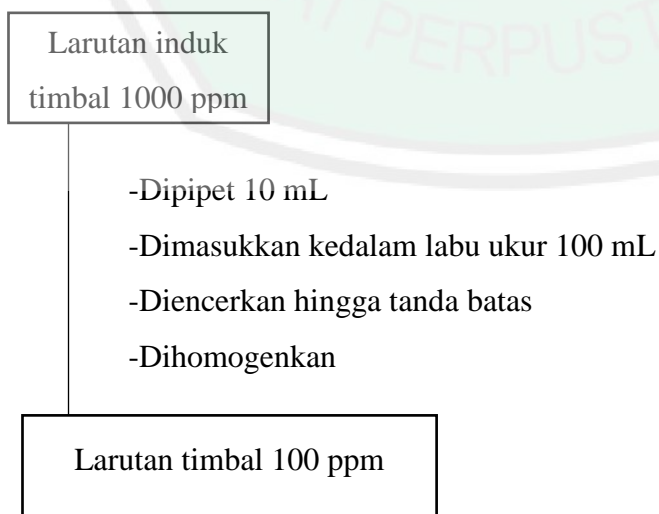
2. Adsorpsi Logam Timbal (Pb) Menggunakan Zeolit NaA Hasil Sintesis

a. Variasi berat zeolit NaA

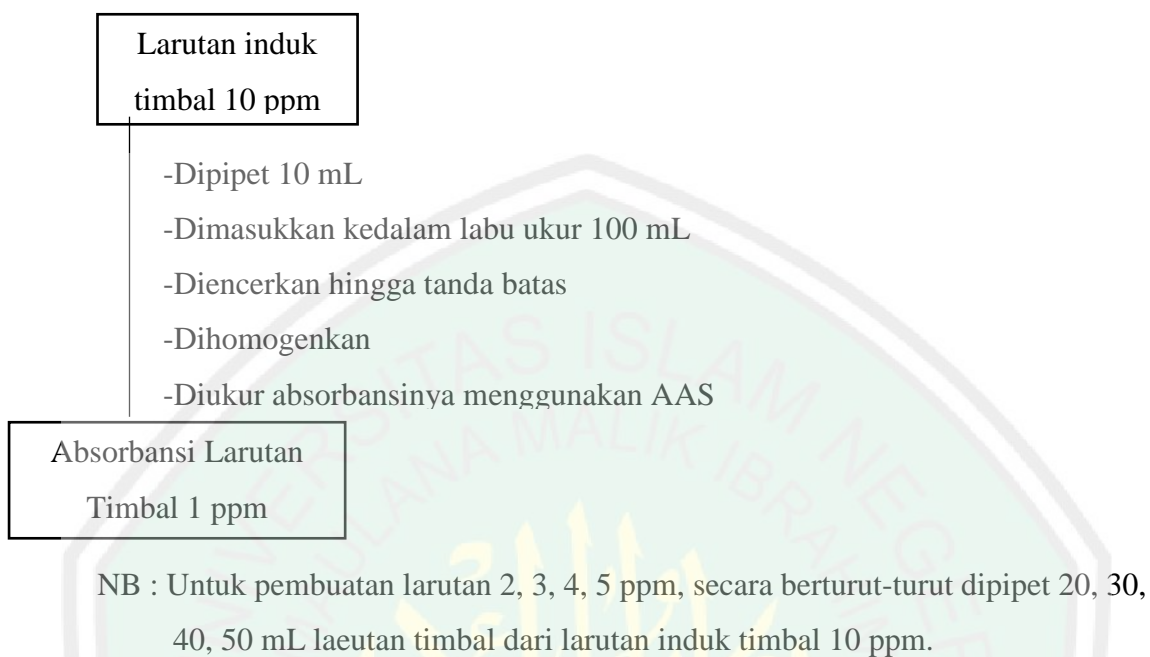


3. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

a. Larutan Standar Timbal (Pb) 100 ppm

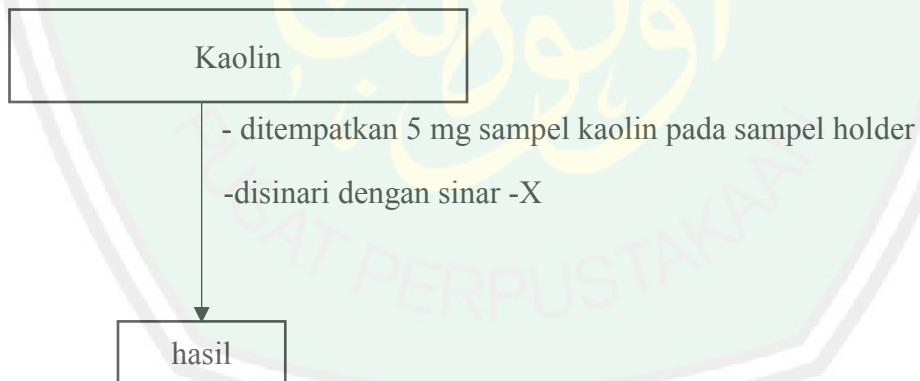


b. Pembuatan Larutan Kurva Standar Timbal (Pb)

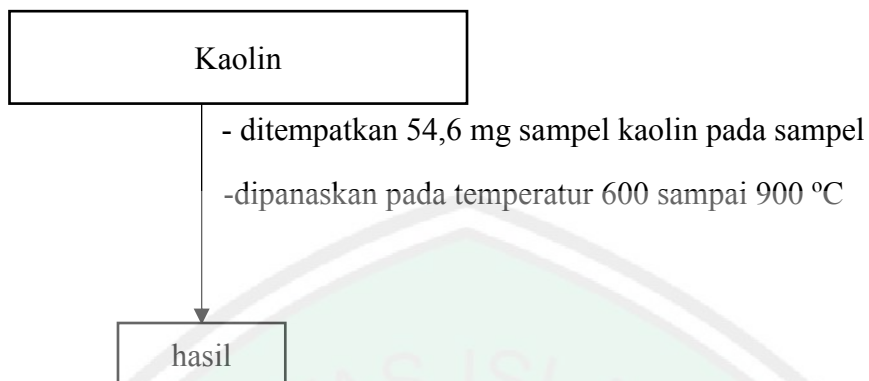


4. Karakterisasi

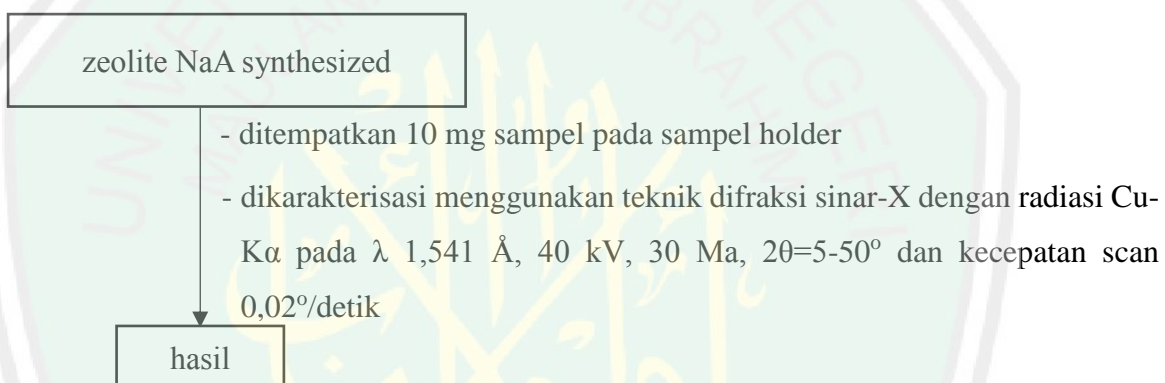
a. Karakterisasi Menggunakan XRF



b. Karakterisasi menggunakan DTA/TGA

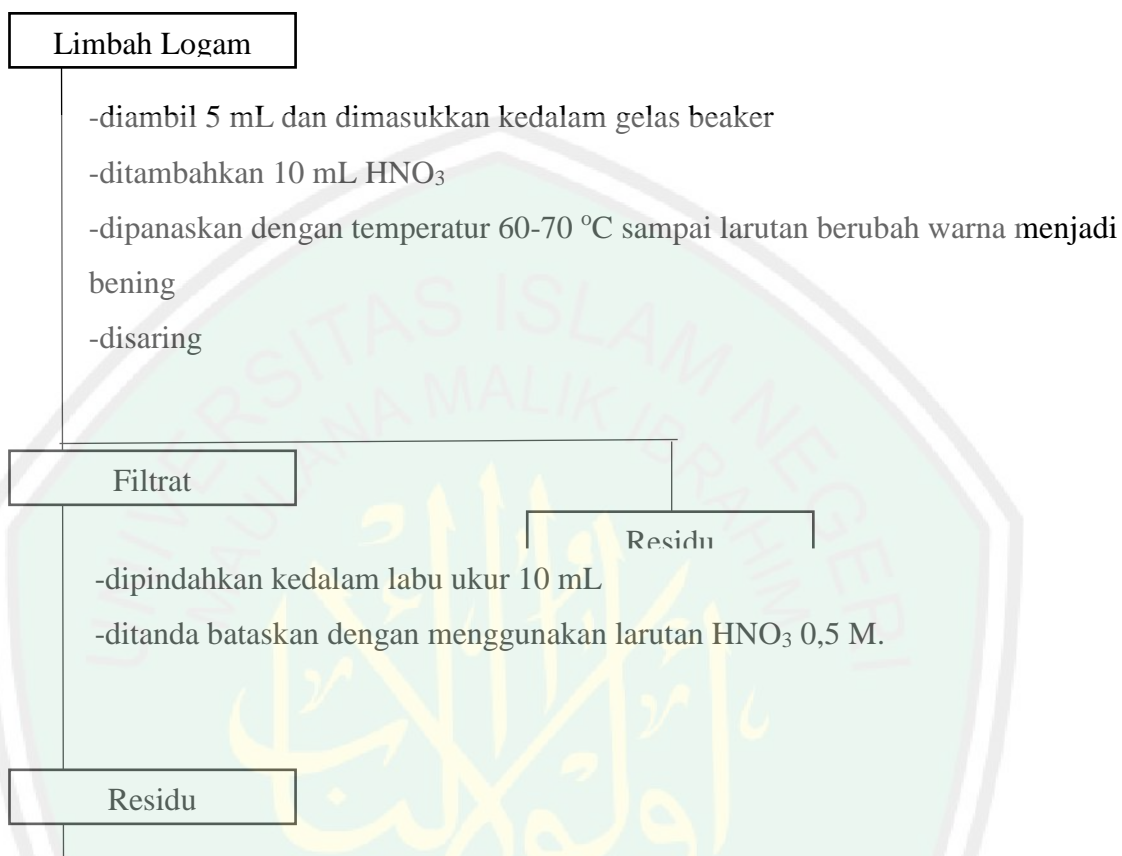


c. Karakterisasi Menggunakan XRD

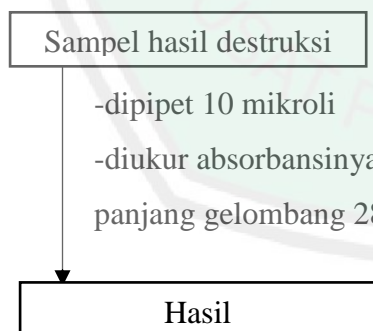


5. Pengukuran Kadar Logam Timbal (Pb) Menggunakan AAS

a. Preparasi Sampel Sebelum Dianalisis Menggunakan AAS



b. Penentuan Kadar logam Timbal (Pb) Menggunakan AAS



LAMPIRAN 3 PERHITUNGAN

1. Rasio molar zeolit NaA:

$\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3\text{Na}_2\text{O} : 216 \text{H}_2\text{O}$ (Mostafa, dkk. 2011)

$\text{Si}/\text{Al} = 1,5$

a. Hasil XRF Kaolin

Si = 75,2 %

Al = 8,8 %

b. Massa Si dan Al dalam 10 gram kaolin:

- Berat Si = $\frac{75,2}{100} \times 10\text{gram} = 7,52 \text{ gram}$

- Mol Si = $\frac{7,52 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{7,52 \text{ gram}}{28,082 \text{ gram/mol}} = 0,268 \text{ mol}$

- Berat Al = $\frac{8,8}{100} \times 10\text{gram} = 0,88 \text{ gram}$

- Mol Al = $\frac{0,88 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{0,88 \text{ gram}}{26,982 \text{ gram/mol}} = 0,033 \text{ mol}$

c. Rasio Si/ Al yang diinginkan

Rasio Si/Al = 3

Mol Al yang dibutuhkan:

$$\frac{\text{Si}}{\text{Al}} = \frac{0,268 \text{ mol}}{\text{mol Al}} = 1,5$$

$$\text{mol Al} = 0,179 \text{ mol}$$

Berat Al yang dibutuhkan: $0,179 \text{ mol} \times 26,982 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} = 4,83 \text{ gram}$

d. Al_2O_3 yang perlu ditambahkan

- Berat Al yang dibutuhkan – Berat Al dalam Kaolin

$$4,83 \text{ gram} - 0,88 \text{ gram} = 3,95 \text{ gram}$$

$$\text{massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{\text{Ar Al}} \times 3,95 \text{ gram}$$

$$\text{massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{101,964 \text{ gram}}{26,982 \text{ mol}} \times 3,95 \text{ gram}$$

$$\text{massa Al}_2\text{O}_3 = 3,779 \times 3,95\text{gram}$$

$$\text{massa Al}_2\text{O}_3 = 14,906 \text{ gram}$$

2. NaOH yang dibutuhkan

$$\frac{H_2O}{Na_2O} = 27,7$$

H₂O 200 mL = 200 gram, maka :

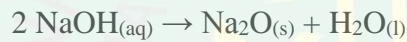
$$\text{mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} = \frac{200 \text{ g}}{18 \text{ g/mol}} = 11,11 \text{ mol}$$

$$\frac{H_2O}{Na_2O} = 27,7$$

$$\frac{5,56}{Na_2O} = 27,7$$

$$Na_2O = 0,154 \text{ mol}$$

a. Na₂O



0,154 mol Na₂O → dari 2 NaOH

$$0,154 \text{ mol} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

$$\text{massa NaOH} = 0,154 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}$$

$$\text{massa NaOH} = 6,176 \text{ gr} \times 2$$

$$\text{massa NaOH} = 12,34 \text{ gram}$$

b. NaOH

Misal NaOH : 99 %

$$\frac{100 \%}{99 \%} \times 12,34 \text{ gram} = 12,46 \text{ gram}$$

c. H₂O

$$11,11 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 11,11 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}$$

$$= 200 \text{ gram} = 200 \text{ mL}$$

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. Kaolin 10 gram

2. Al₂O₃ 14,906 gram
3. NaOH 12,46 gram
4. H₂O 200 mL

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan NaOH 3 M

Larutan NaOH 3 M (BM = 40 g/mol) dibuat dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan padatan NaOH yang dibutuhkan untuk membuat larutan tersebut adalah:

$$M \text{ NaOH} = \frac{\text{mol NaOH}}{\text{Volume NaOH}}$$

$$3M = \frac{\text{mol}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{mol NaOH} = 3M \times 0,2 \text{ L}$$

$$\text{mol NaOH} = 0,6 \text{ mol}$$

$$\text{mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}}$$

$$\text{massa NaOH} = 0,6 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa NaOH} = 24 \text{ gram}$$

Untuk pemuatan larutan NaOH 3 M sebanyak 100 mL, maka diperlukan diperlukan 24 gram NaOH dan 100 mL H₂O. Langkah pembuatan larutan NaOH 3 M diantaranya dilarutkan NaOH p.a 99 % dalam beaker glass 50 mL di dilemari asap karena sifatnya yang higroskopis, kemudian ditambahkan 20 mL aquades. Selanjutnya, pindahkan larutan kedalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan.

2. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 1 M (BM = 35,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl pekat 37% dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan pengenceran adalah sebagai berikut:

Konsentrasi HCl dalam Molar :

$$\text{HCl } 37\% \left(\frac{b}{b}\right) = \frac{37 \text{ g HCl}}{100 \text{ g H}_2\text{O}}$$

$$\rho = 1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$\frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g}} = \frac{x}{1 \text{ mL}}$$

$$100 \text{ gram} = 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}} \times X$$

$$X = \frac{100 \text{ g}}{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} = 84,03 \text{ mL} = 0,8403 \text{ L}$$

$$M = \frac{n}{v}$$

$$n = \frac{\text{gram}}{M_r} = \frac{37 \text{ gram}}{36,5 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = 1,01 \text{ mol}$$

$$M = \frac{1,01 \text{ mol}}{0,8403 \text{ L}} = 12,063 \text{ M}$$

Pengenceran HCl: $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$12 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,3 \text{ mL}$$

Untuk membuat larutan HCl 1 M sebanyak 100 mL maka diambil 8,3 mL larutan HCl pekat 37% dan dimasukkan dalam Beaker glass dengan akuades dimasukkan terlebih dahulu. Setelah HCl ditambahkan, kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan lagi akuades hingga 100 mL.

3 Pembuatan larutan standar timbal (Pb)

a. Pembuatan larutan standar timbal (Pb) 1000 mg/L

$$\text{ppm (Pb)} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$\text{ppm (Pb)} = \frac{1 \text{ gram}}{1 \text{ L}}$$

$$\text{ppm (Pb)} = 1000 \text{ mg/L}$$

Pembuatan larutan Pb 1000 ppm dilakukan dengan melarutkan 1 gram Pb dalam bentuk garamnya dengan 10 mL akuades. Selanjutnya larutan dipindahkan dalam labu ukur 1 L dan ditandabatkan menggunakan akuades

b. Pembuatan Larutan standar Pb 100 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan standar Pb 100 ppm dilakukan dengan rumus pengenceran diatas, sebanyak 10 mL larutan satandar dari larutan standar induk Pb 1000 ppm di pipet menggunakan pipet volum kedalam labu ukur 100 mL. kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

b. Pembuatan Larutan standar Pb 10 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan standar Pb 10 ppm dilakukan dengan rumus pengenceran diatas, sebanyak 10 mL larutan satandar dari larutan standar induk Pb 100 ppm di pipet menggunakan pipet volum kedalam labu ukur 100 mL. kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

b. Pembuatan Larutan standar Pb 1, 2, 3, 4, dan 5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 30 \text{ mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{4 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 40 \text{ mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan standar Pb 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm dilakukan dengan rumus pengenceran diatas, sebanyak 10, 20, 30, 40, dan 50 mL larutan satandar dari larutan standar induk Pb 10 ppm di pipet menggunakan pipet volum kedalam labu ukur 100 mL. kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

4. Penentuan Konsentrasi Cu, Fe, dan Pb

a. Konsentrasi yang terbaca AAS

Logam	Adsorben			
	Sebelum Adsorpsi (ppm)	Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Metakaolin (ppm)
Cu	0,572	0,433	0,521	0,072
	0,600	0,483	0,549	0,056
	0,535	0,454	0,474	0,075
Fe	1,291	0,542	0,305	0,075
	1,270	0,618	0,312	0,077
	1,138	0,482	0,275	0,077
Pb	0,471	0,354	0,277	0,145
	0,416	0,369	0,273	0,107
	0,453	0,316	0,261	0,163

b. Real concentration

$$\text{real concentration} = \text{concentration read by AAS} \times FP$$

FP = Dilution factor (40 kali)

➤ Konsentrasi Cu

Sebelum Adsorpsi

$$\begin{aligned} \text{Cu1 (ppm)} &= 0,572 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 22,88 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu2 (ppm)} &= 0,600 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 24,00 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu3 (ppm)} &= 0,535 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 21,40 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan kaolin

$$\begin{aligned}\text{Cu1 (ppm)} &= 0,433 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 17,32 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu2 (ppm)} &= 0,483 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 19,32 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu3 (ppm)} &= 0,454 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 18,16 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari kaolin

$$\begin{aligned}\text{Cu1 (ppm)} &= 0,521 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 20,84 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu2 (ppm)} &= 0,549 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 21,96 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu3 (ppm)} &= 0,474 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 18,96 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari metakaolin

$$\begin{aligned}\text{Cu1 (ppm)} &= 0,072 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 2,88 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu2 (ppm)} &= 0,056 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 2,24 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Cu3 (ppm)} &= 0,075 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 3,00 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

➤ **Konsentrasi Fe**

Sebelum Adsorpsi

$$\begin{aligned}\text{Fe1 (ppm)} &= 1,291 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 51,64 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe2 (ppm)} &= 1,270 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 50,80 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe3 (ppm)} &= 1,138 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 45,52 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan kaolin

$$\begin{aligned}\text{Fe1 (ppm)} &= 0,433 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 17,32 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe2 (ppm)} &= 0,483 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 19,32 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe3 (ppm)} &= 0,454 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 18,16 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari kaolin

$$\begin{aligned}\text{Fe1 (ppm)} &= 0,542 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 21,68 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe2 (ppm)} &= 0,618 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 24,72 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe3 (ppm)} &= 0,482 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 19,28 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari metakaolin

$$\begin{aligned}\text{Fe1 (ppm)} &= 0,075 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 3,00 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe2 (ppm)} &= 0,077 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 3,08 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Fe3 (ppm)} &= 0,077 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 3,08 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

➤ **Konsentrasi Pb**

Sebelum Adsorpsi

$$\begin{aligned}\text{Pb1 (ppm)} &= 0,471 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 18,84 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pb2 (ppm)} &= 0,416 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 16,64 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pb3 (ppm)} &= 0,543 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 18,12 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan kaolin

$$\begin{aligned}\text{Pb1 (ppm)} &= 0,354 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 14,16 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pb2 (ppm)} &= 0,369 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 14,76 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pb3 (ppm)} &= 0,316 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 12,64 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari kaolin

$$\begin{aligned}\text{Pb1 (ppm)} &= 0,277 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 11,08 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pb2 (ppm)} &= 0,273 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 10,92 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Pb3 (ppm)} &= 0,261 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 10,44 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Adsorpsi menggunakan zeolite NaA dari metakaolin

$$\begin{aligned} \text{Pb1 (ppm)} &= 0,154 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 5,80 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Pb2 (ppm)} &= 0,107 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 4,28 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Pb3 (ppm)} &= 0,163 \text{ mg/L} \times 40 \\ &= 6,52 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Logam	Adsorben			
	Sebelum Adsorpsi (ppm)	Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Kaolin (ppm)	Zeolit NaA dari Metakaolin (ppm)
Cu	22,88	17,32	20,84	2,88
	24,00	19,32	21,96	2,24
	24,0	18,16	18,96	3,00
Average	22,76	18,27	20,59	2,10
Fe	51,64	21,68	12,20	3,00
	50,80	24,72	12,48	3,08
	45,52	19,28	11,00	3,08
Average	49,32	18,27	11,89	3,05
Pb	18,84	14,16	11,08	5,80
	16,64	14,76	10,92	4,28
	18,12	12,64	10,44	6,52
Average	17,87	13,85	10,82	5.53

Persen penurunan Logam Cu, Fe, dan Pb

% Penurunan

$$= \frac{\text{kadar sebelum adsorpsi} - \text{kadar setelah adsorpsi}}{\text{kadar sebelum adsorpsi}} \times 100\%$$

➤ Persen penurunan Cu

Menggunakan kaolin

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan Cu} &= \frac{22,76 \text{ ppm} - 18,27 \text{ ppm}}{22,76 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 19,72 \% \end{aligned}$$

Menggunakan zeolit Na Adar kaolin

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan Cu} &= \frac{22,76 \text{ ppm} - 20,58 \text{ ppm}}{22,76 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 9,55 \% \end{aligned}$$

Menggunakan zeolit Na Adar metakaolin

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan Cu} &= \frac{22,76 \text{ ppm} - 2,10 \text{ ppm}}{22,76 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 90,77 \% \end{aligned}$$

➤ Persen penurunan Fe

Menggunakan kaolin

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan Fe} &= \frac{49,32 \text{ ppm} - 22,89 \text{ ppm}}{49,32 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 55,62 \% \end{aligned}$$

Menggunakan zeolit Na Adar kaolin

$$\% \text{ Penurunan Fe} = \frac{49,32 \text{ ppm} - 11,89 \text{ ppm}}{49,32 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 75,89 \%$$

Menggunakan zeolit Na Adar metakaolin

$$\% \text{ Penurunan Fe} = \frac{49,32 \text{ ppm} - 3,05 \text{ ppm}}{2 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 93,82 \%$$

➤ **Persen penurunan Pb**

Menggunakan kaolin

$$\% \text{ Penurunan Pb} = \frac{17,87 \text{ ppm} - 13,85 \text{ ppm}}{17,87 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 22,49 \%$$

Menggunakan zeolit Na Adar kaolin

$$\% \text{ Penurunan Pb} = \frac{17,87 \text{ ppm} - 10,20 \text{ ppm}}{17,87 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 39,45 \%$$

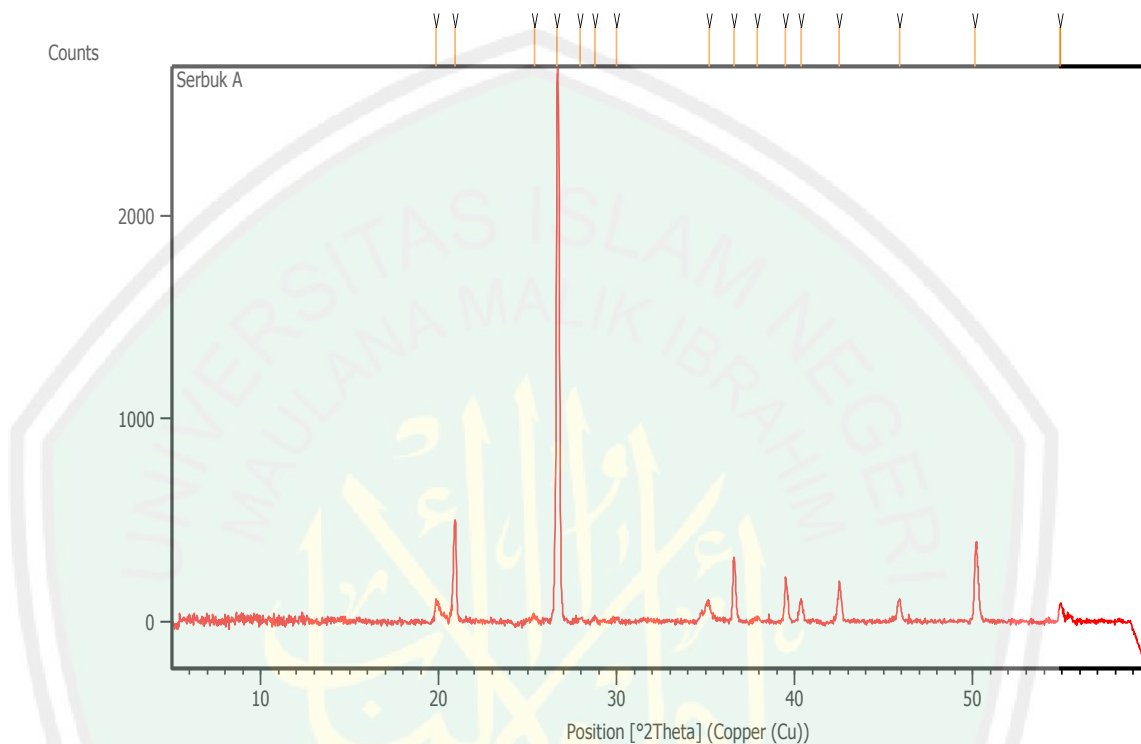
Menggunakan zeolit Na Adar metakaolin

$$\% \text{ Penurunan Pb} = \frac{17,87 \text{ ppm} - 5,53 \text{ ppm}}{17,87 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 88,13 \%$$

LAMPIRAN 4 DATA KARAKTERISASI

1 XRD Kaolin

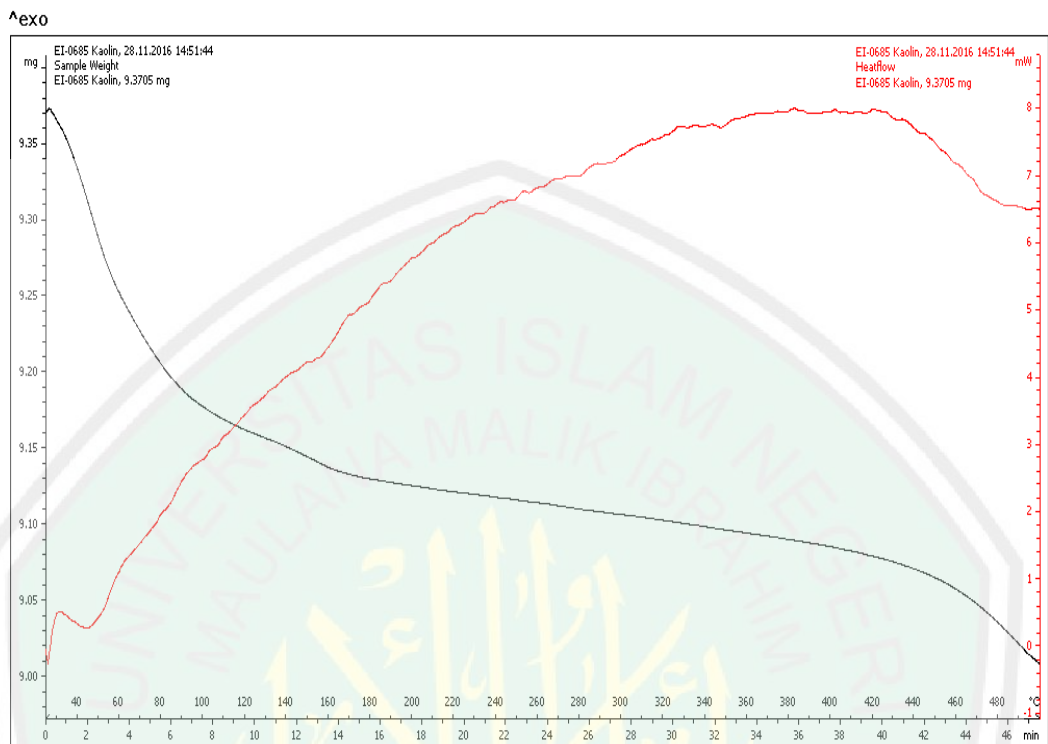


Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.7534	16.45	0.2676	9.06859	3.19
12.0125	8.45	0.1673	7.36775	1.64
13.0406	12.37	0.0669	6.78907	2.40
14.4620	171.44	0.1338	6.12487	33.25
15.4107	13.76	0.0836	5.74987	2.67
17.8641	6.44	0.6691	4.96535	1.25
19.3470	22.53	0.1338	4.58799	4.37
20.3809	67.14	0.1338	4.35752	13.02
20.9867	101.50	0.1673	4.23309	19.69
22.1604	25.78	0.0669	4.01148	5.00
25.0690	422.92	0.1506	3.55225	82.03

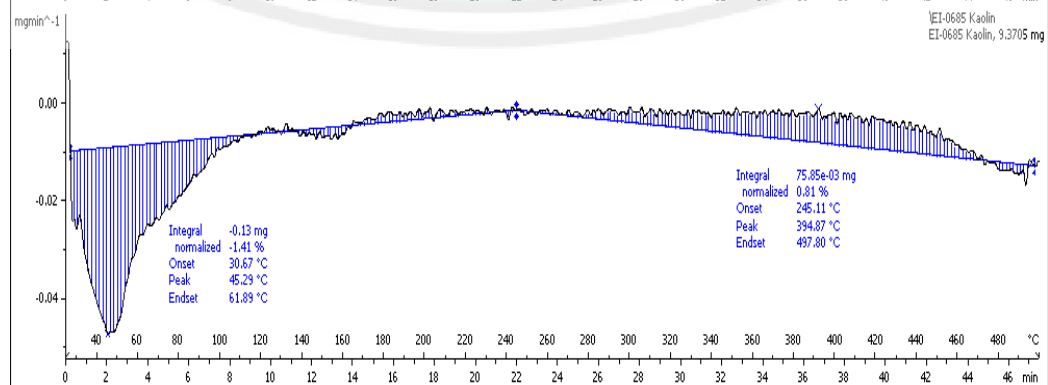
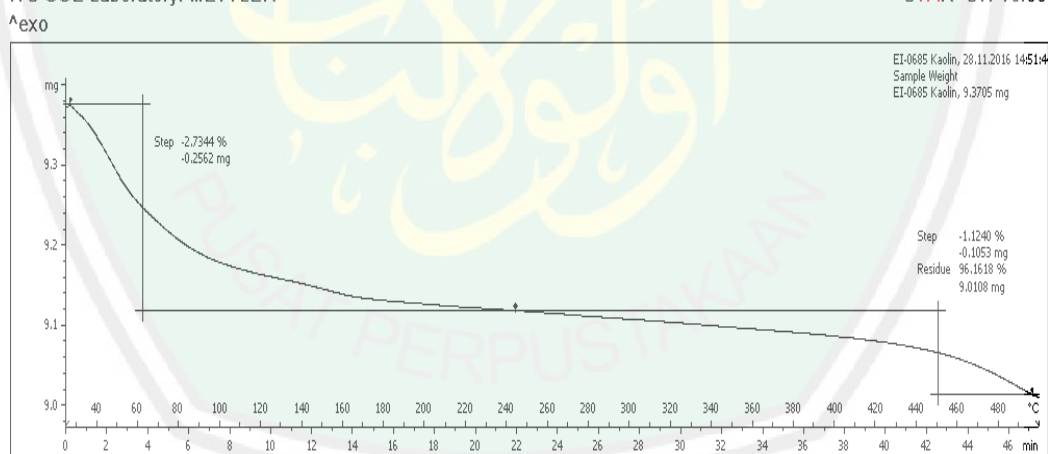
26.7870	515.55	0.1338	3.32820	100.00
29.2906	46.47	0.1338	3.04918	9.01
32.3688	88.38	0.0816	2.76361	17.14
32.5230	91.14	0.1338	2.75313	17.68
33.7212	8.92	0.2676	2.65800	1.73
35.7136	109.49	0.1004	2.51415	21.24
36.6607	50.15	0.1673	2.45135	9.73
37.2808	34.00	0.2676	2.41199	6.60
38.5587	96.74	0.2676	2.33494	18.76
39.5882	39.75	0.2676	2.27656	7.71
40.4072	10.26	0.2007	2.23229	1.99
42.6322	25.83	0.2676	2.12080	5.01
43.9811	101.61	0.1673	2.05883	19.71
45.8966	15.55	0.2676	1.97727	3.02
46.5816	21.32	0.3346	1.94977	4.14
48.9977	15.57	0.2007	1.85914	3.02
50.3156	63.45	0.2342	1.81349	12.31
51.2953	34.12	0.0612	1.77966	6.62
52.2420	8.37	0.1004	1.75106	1.62
53.5064	26.84	0.4684	1.71263	5.21
54.9765	18.85	0.2007	1.67026	3.66
57.6291	11.95	0.5353	1.59953	2.32

2 DTA/TGA of Kaolin



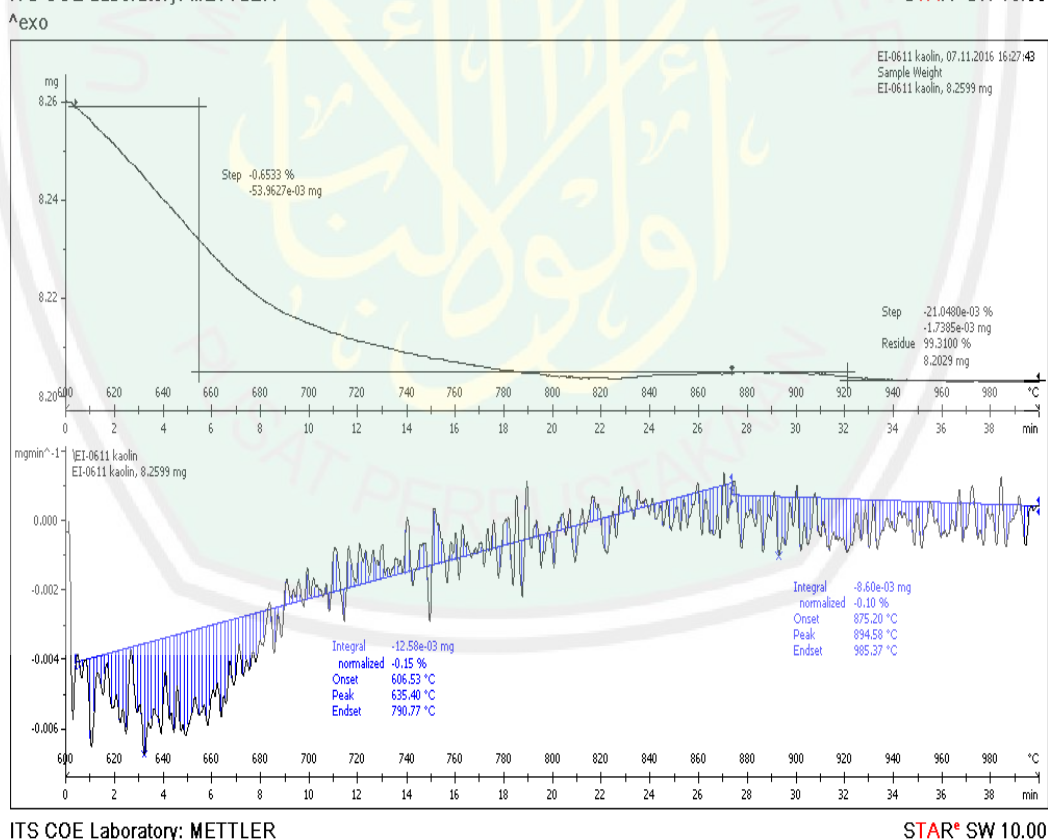
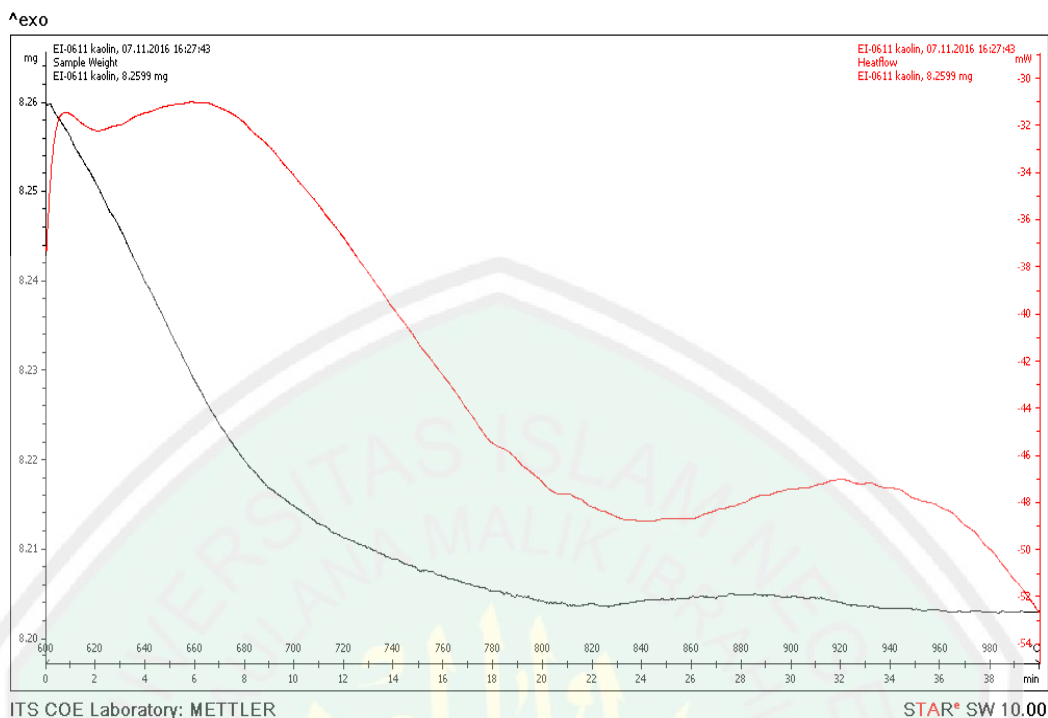
ITS COE Laboratory: METTLER

STAR[®] SW 10.00

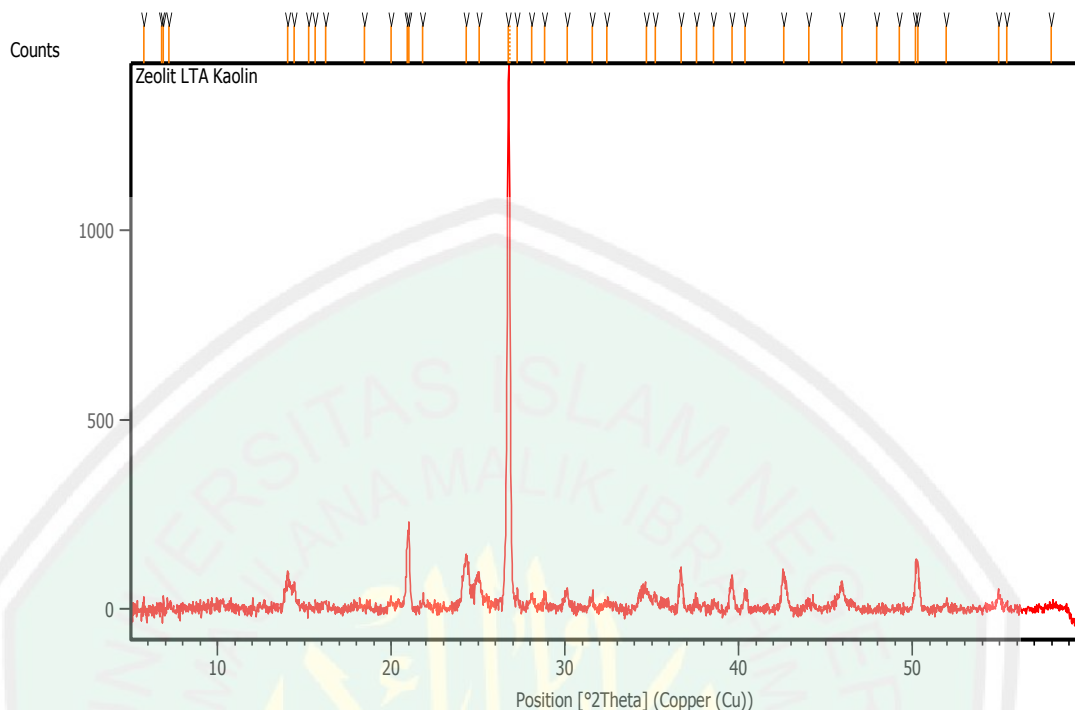


ITS COE Laboratory: METTLER

STAR[®] SW 10.00



3 XRD zeolit NaA dari kaolin

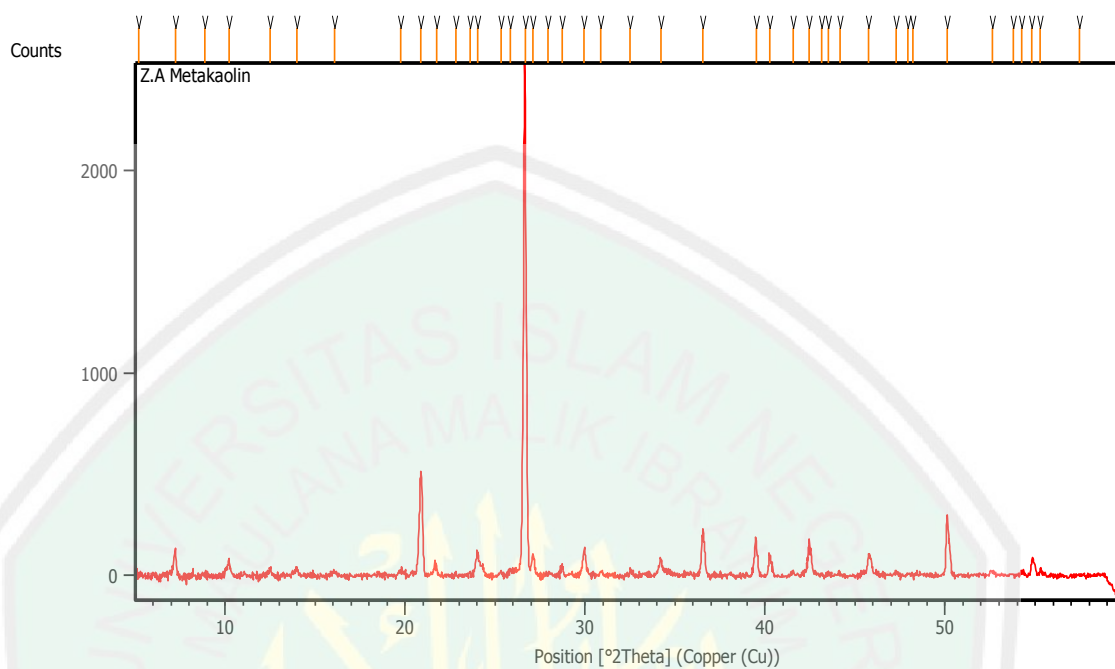


Peaks List

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.7769	93.81	0.1338	15.29902	6.41
6.7772	49.97	0.0836	13.04291	3.42
6.8844	82.94	0.0502	12.84008	5.67
7.1928	44.32	0.2676	12.29014	3.03
14.0211	98.33	0.1338	6.31648	6.72
14.4084	65.74	0.1004	6.14752	4.50
15.2553	17.51	0.0669	5.80810	1.20
15.6302	22.00	0.0502	5.66961	1.50
16.2226	14.19	0.1338	5.46391	0.97
18.4670	15.50	0.1004	4.80458	1.06
19.9711	35.33	0.2676	4.44601	2.42
20.9069	173.28	0.0836	4.24908	11.85
21.0148	220.72	0.0669	4.22749	15.09

21.8063	23.61	0.2007	4.07581	1.61
24.3083	155.17	0.2676	3.66167	10.61
25.0580	109.17	0.1338	3.55379	7.47
26.7463	1462.34	0.1224	3.33042	100.00
26.8121	1099.10	0.0408	3.33065	75.16
27.2535	70.84	0.1224	3.26957	4.84
28.0953	47.56	0.3264	3.17349	3.25
28.8356	46.53	0.2040	3.09368	3.18
30.1322	66.59	0.2448	2.96345	4.55
31.5683	62.78	0.1224	2.83183	4.29
32.4006	46.57	0.4896	2.76097	3.18
34.6560	92.84	0.3264	2.58627	6.35
35.1916	73.78	0.1632	2.54813	5.05
36.6636	151.36	0.2448	2.44913	10.35
37.5408	64.82	0.2448	2.39390	4.43
38.5560	52.25	0.3264	2.33317	3.57
39.5977	96.42	0.2448	2.27415	6.59
40.3478	73.24	0.1020	2.23359	5.01
42.5655	107.95	0.2448	2.12221	7.38
44.0448	31.74	0.6528	2.05430	2.17
45.9365	89.27	0.1632	1.97401	6.10
47.9469	14.59	0.0816	1.89583	1.00
49.2400	5.83	0.2040	1.84902	0.40
50.1797	128.79	0.0612	1.81658	8.81
50.2876	131.83	0.0816	1.81293	9.02
51.9184	21.54	0.3264	1.75975	1.47
54.9706	42.91	0.2040	1.66904	2.93
55.3964	17.53	0.1632	1.65722	1.20
57.9566	8.93	0.6528	1.58996	0.61

4 XRD zeolit NaA dari metakaolin



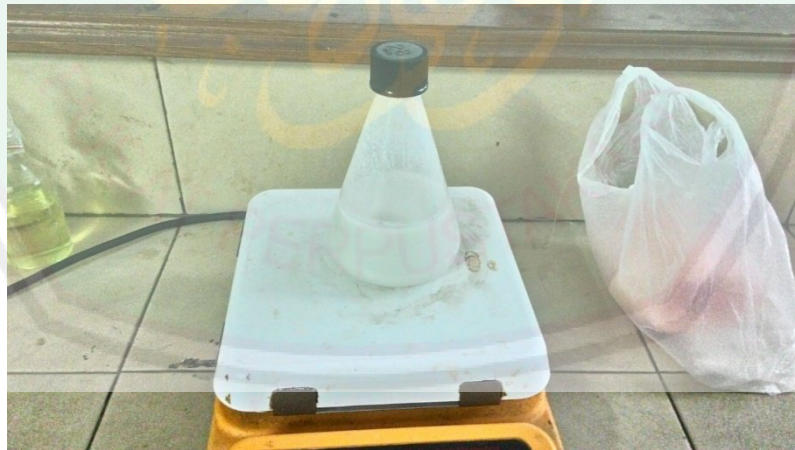
Peaks List

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.1758	190.34	0.5353	17.07433	7.81
7.2269	235.27	0.0669	12.23235	9.65
8.8900	63.03	0.4015	9.94730	2.59
10.2063	126.64	0.0669	8.66719	5.20
12.4985	64.40	0.1004	7.08234	2.64
13.9762	43.21	0.1338	6.33665	1.77
16.0949	21.62	0.2007	5.50697	0.89
19.7727	22.34	0.1673	4.49016	0.92
20.8580	499.09	0.2007	4.25893	20.48
21.7394	55.00	0.0502	4.08820	2.26
22.8013	11.76	0.1004	3.90014	0.48
23.6083	27.07	0.0836	3.76862	1.11
24.0150	112.89	0.1004	3.70572	4.63
25.3395	22.41	0.1004	3.51494	0.92

25.8582	36.86	0.3346	3.44560	1.51
26.6603	2437.03	0.1840	3.34373	100.00
27.0918	137.64	0.0669	3.29145	5.65
27.9581	32.79	0.2676	3.19140	1.35
28.7147	62.78	0.1338	3.10901	2.58
29.9370	132.33	0.0836	2.98479	5.43
30.8600	36.40	0.1673	2.89760	1.49
32.5111	56.54	0.0502	2.75411	2.32
34.2100	100.92	0.1338	2.62113	4.14
36.5467	261.65	0.1171	2.45873	10.74
39.4963	200.30	0.1171	2.28164	8.22
40.2488	118.26	0.0836	2.24071	4.85
41.5639	33.42	0.1673	2.17280	1.37
42.4571	168.23	0.2007	2.12913	6.90
43.1560	23.78	0.0669	2.09626	0.98
43.5112	20.95	0.1338	2.07997	0.86
44.1436	26.25	0.2676	2.05163	1.08
45.7327	123.29	0.0836	1.98397	5.06
47.2913	31.89	0.2007	1.92216	1.31
47.9093	17.74	0.1673	1.89880	0.73
48.1876	6.79	0.0669	1.88848	0.28
50.1077	280.53	0.1171	1.82053	11.51
52.6070	19.01	0.2007	1.73977	0.78
53.7834	3.11	0.1004	1.70446	0.13
54.2406	16.49	0.1673	1.69117	0.68
54.8299	76.27	0.1673	1.67438	3.13
55.3004	38.69	0.1004	1.66124	1.59
57.4860	8.07	0.5353	1.60317	0.33

LAMPIRAN V
DOCUMENTASI







**KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
JURUSAN KIMIA**

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
www.uin-malang.ac.id Email: info_uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	24-6-2016	BAB I	Revisi BAB I	<i>[Signature]</i>
2	27-6-2016	BAB I & II	Revisi BAB II	
3	29-6-2016	BAB II & III	Revisi BAB II & III	<i>[Signature]</i>
4	30-6-2016	BAB II & III	Revisi BAB II & III	<i>[Signature]</i>
5	1-7-2016	BAB II & III	Revisi BAB III	<i>[Signature]</i>
6	18-7-2016	BAB I, II, III	Revisi BAB III	
7.	29-7-2016	BAB I, II, III & Daps	Revisi Daps.	<i>[Signature]</i>
8.	20-7-2016	BAB I, II, III & Daps	Revisi pengantar 1-daps	
9.	21-7-2016	BAB I, II, III & Daps		
10.	3-1-2017	BAB IV	Revisi BAB IV	<i>[Signature]</i>
11.	9-1-2017	BAB IV	Revisi BAB IV	
12.	5-1-2017	Bimbingan Agama	Revisi Ayat	
13	6-1-2017	Bimbingan Agama	Revisi Ayat	
14	9-1-2017	Bimbingan Agama & BAB	Revisi BAB IV	
15	10-1-2017	BAB IV	Revisi BAB IV	<i>[Signature]</i>
16	11-1-2017	BAB IV	Revisi BAB IV	
17	23-1-2017	BAB IV	Revisi BAB IV	
18	24-1-2017	BAB IV & V	Revisi BAB IV	
19	24-1-2017	BAB IV, V, & Abstract	Revisi BAB V & Abstract	<i>[Signature]</i>
20	25-1-2017	BAB V & Abstract	Revisi BAB V & Abstract	<i>[Signature]</i>
21	26-1-2017	DAP V & Abstract		

Malang, 21 Maret 2017
Pembimbing I

[Signature]
Eny Julianti, M.Si
NIP. 19700611 2005 01 2006



Kedalaman Spiritual, Keunggulan Akhlak, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional