

LAPORAN TAHUNAN Ke-2  
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI



KAJIAN PEMANFAATAN TANAH NAPA SUMATERA BARAT  
SEBAGAI MATERIAL ADSORBEN LOGAM BERAT DAN  
BAHAN ORGANIK TOKSIK DALAM LARUTAN

Tahun ke 2 dari rencana 4 tahun

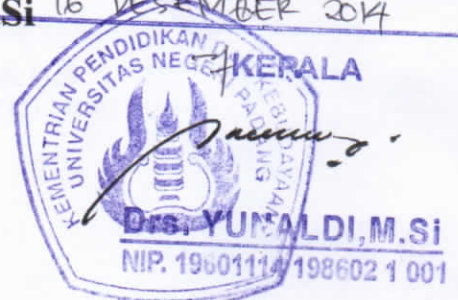
TIM PENGUSUL **PERPUSTAKAAN UNIV. NEGERI PADANG  
TELAH TERDAFTAR**

**JUDUL :** KAJIAN PEMANFAATAN  
TANAH NAPA ...  
**Dr. Mawardi, M.Si**

**NIDN :** 0023116106  
**PEMBAKANG :** MAWARDI, DKK

**Hary Sanjaya, S.Si, M.Si** **LAPORAN PENELITIAN**  
**NIDN :** 0028048308 : 64 / UN-35.13 / PIC / KI / 2014

**Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si** **TANGGAL** 16 DESEMBER 2014  
**NIDN:** 0022117503



UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
November, 2014

**HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN TAHUNAN Ke-2  
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI**

**Judul Penelitian** : Kajian Pemanfaatan Tanah Napa Sumatera Barat Sebagai Material Adsorben Logam Berat dan Bahan Organik Toksik Dalam Larutan

**Ketua Peneliti :**

a. Nama Lengkap : Dr. Mawardi, M.Si  
b. NIDN : 0023116106  
c. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
d. Program Studi : Kimia  
e. Nomor HP : 081266016696  
f. Alamat surel (e-mail) : [mawardimawar@yahoo.com](mailto:mawardimawar@yahoo.com)


**Anggota Peneliti (1)**

a. Nama Lengkap : Hary Sanjaya, S.Si, M.Si  
b. NIDN : 0028048306  
c. Perguruan Tinggi : FMIPA Universitas Negeri Padang

**Anggota Peneliti (2)**

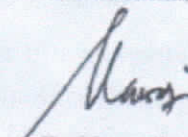
a. Nama Lengkap : Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si  
b. NIDN : 0022117503  
c. Perguruan Tinggi : FMIPA Universitas Negeri Padang  
Penanggung Jawab :  
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 4 tahun  
Biaya Tahun Berjalan : Rp. 55.000.000,-  
Biaya Keseluruhan : Rp. 271.000.000,-

Mengetahui,  
Dekan FMIPA UNP,



Prof. Dr. Lufri, M.S.  
NIP. 196105101987031020

Padang, 03 November 2014  
Ketua Peneliti,



Dr. Mawardi, M.Si  
NIP. 19611123 198903 1 002

Menvetujui,  
Ketua Lembaga Penelitian,



Dr. Alwen Benri, M.Pd.  
NIP. 19610722 198602 1 002

## PENGANTAR

Kegiatan penelitian dapat mendukung pengembangan ilmu pengetahuan serta terapannya. Dalam hal ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang berusaha mendorong dosen untuk melakukan penelitian sebagai bagian internal dari kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi, baik yang secara langsung dibiayai dengan dana Universitas Negeri Padang, BOPTN maupun dari sumber lain yang relevan atau bekerja sama dengan instansi terkait.

Sehubungan dengan itu, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang bekerja sama dengan Direktorat Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Ditjen Dikti Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan RI telah mendanai skema **Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi** yang berjudul *Kajian Pemanfaatan Tanah Napa Sumatera Barat Sebagai Material Adsorben Logam Berat dan Bahan Organik Toksik Dalam Larutan* atas nama Dr. MAWARDI, M.Si., dibiayai dana BOPTN yang dialokasikan ke dalam DIPA Universitas Negeri Padang sesuai surat penugasan pelaksanaan penelitian desentralisasi Nomor: 253/UN35.2/PG/2014 tanggal 17 April 2014.

Kami menyambut gembira usaha yang dilakukan peneliti untuk menjawab berbagai permasalahan pembangunan, khususnya yang berkaitan dengan permasalahan penelitian tersebut diatas. Dengan selesainya penelitian ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang telah dapat memberikan informasi yang dapat dipakai sebagai bagian upaya penting dalam peningkatan mutu pendidikan pada umumnya. Di samping itu, hasil penelitian ini juga diharapkan memberikan masukan bagi instansi terkait dalam rangka penyusunan kebijakan pembangunan.

Hasil penelitian ini telah ditelaah oleh tim pembahas usul dan laporan hasil penelitian. Mudah-mudahan penelitian ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pada umumnya, dan peningkatan mutu staf akademik Universitas Negeri Padang.

Pada kesempatan ini, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang membantu pelaksanaan penelitian ini. Secara khusus, kami menyampaikan terima kasih kepada Direktur Penelitian dan Pengabdian Masyarakat, Ditjen Dikti Kemendikbud yang telah memberikan dana untuk pelaksanaan penelitian tahun 2014. Kami yakin tanpa dedikasi dan kerja sama yang baik dari Ditlitabmas, penelitian ini tidak dapat diselesaikan sebagaimana yang diharapkan. Semoga hal yang demikian akan lebih baik lagi di masa yang akan datang.

Terima kasih.



Padang, November 2014  
Ketua Lembaga Penelitian  
Universitas Negeri Padang

Dr. Alwen Bentri, M.Pd.  
NIP. 19610722 198602 1 002

**HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN TAHUNAN Ke-2  
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI**

---

Judul Penelitian : Kajian Pemanfaatan Tanah Napa Sumatera Barat Sebagai  
Material Adsorben Logam Berat dan Bahan Organik  
Toksik Dalam Larutan

**Ketua Peneliti :**

a. Nama Lengkap : Dr. Mawardi, M.Si  
b. NIDN : 0023116106  
c. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
d. Program Studi : Kimia  
e. Nomor HP : 081266016696  
f. Alamat surel (e-mail) : [mawardianwar@yahoo.com](mailto:mawardianwar@yahoo.com)

**Anggota Peneliti (1)**

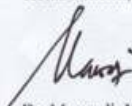
a. Nama Lengkap : Hary Sanjaya, S.Si, M.Si  
b. NIDN : 0028048306  
c. Perguruan Tinggi : FMIPA Universitas Negeri Padang

**Anggota Peneliti (2)**

a. Nama Lengkap : Desy Kurniawati, S.Pd., M.Si  
b. NIDN : 0022117503  
c. Perguruan Tinggi : FMIPA Universitas Negeri Padang  
Penanggung Jawab :  
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 4 tahun  
Biaya Tahun Berjalan : Rp. 55.000.000,-  
**Biaya Keseluruhan** : Rp. 271.000.000,-

Mengetahui,  
Dekan FMIPA UNP,  
  
Prof. Dr. Lutfi, M.S  
NIP. 196105101987031020

Padang, 03 November 2014  
Ketua Peneliti,

  
Dr. Mawardi, M.Si  
NIP. 19611123 198903 1 002

Menyetujui,  
Ketua Lembaga Penelitian,

  
Dr. Alwen Bentri, M.Pd.  
NIP. 19610322 198602 1 002

## RINGKASAN

Hasil penelitian **tahun pertama** berupa karakterisasi mineral tanah napa dengan instrumen *Energy Dispersive X-ray fluorescence* (EDXRF), *X-ray diffraction* (XRD), *fourier transform infrared* (FTIR) dan *scanning electron microscope* (SEM) menghasilkan informasi/data penelitian bahwa mineral tanah napa, yang cadangannya cukup melimpah di daerah Kabupaten Tanah Datar, Kota Solok, Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Pesisir Selatan dan Sumatera Barat umumnya, adalah kelompok mineral **aluminasilikat**, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data awal juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina**, **zeolit** dan **kuarsa**. Penelitian **tahun kedua** adalah perlakuan aktivasi yaitu aktivasi fisika, aktivasi kimia dan aktivasi kimia fisika. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) dengan variasi temperatur 400°C, 600°C dan 800°C, aktivasi kimia dilakukan dengan penambahan asam yaitu hidrogen peroksida, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, dengan variasi konsentrasi 10%, 20% dan 30%, sedangkan aktivasi kimia fisika dilakukan dengan penambahan hidrogen peroksida 10%, 20% dan 30% dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 400°C dan 600°C. Tanah napa sebelum dan sesudah aktivasi serta kalsinasi dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR). Hasil penelitian menunjukkan bahwa suhu optimum untuk kalsinasi tanah napa sebelum aktivasi adalah 600°C, dan konsentrasi optimum hidrogen peroksida 20 %. Aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida 10% dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 600°C merupakan kondisi optimum yang baik untuk aktivasi kimia fisika. Karakteristik komposisi kimia tanah napa sebelum dan setelah aktivasi dianalisis menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF). Data hasil karakterisasi dengan menggunakan XRF menunjukkan komposisi kimia tanah napa dari Kabupaten 50 Kota mengandung silika (SiO<sub>2</sub>) sebanyak 70.067%, alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sebanyak 23.313%, kalium oksida (K<sub>2</sub>O) sebanyak 4.295% dan beberapa senyawa lainnya. Dari komposisi kimianya ini maka tanah napa dapat digolongkan mineral alumina silika kelompok zeolit alam. Aktivasi fisika dengan kalsinasi optimum pada temperatur 600°C karena dapat mengurangi kadar air terbanyak dari dalam zeolit dan kalsinasi pada temperatur 800°C dapat merusak zeolit. Aktivasi kimia dengan penambahan hidrogen peroksida optimum pada konsentrasi 20% karena dapat meningkatkan perbandingan Si/Al dari 3.01 menjadi 3.84 melalui reaksi dealuminasi zeolit. *Aktivasi kimia fisika optimum pada penambahan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 20% dan kalsinasi pada temperatur 600°C yang dapat meningkatkan perbandingan Si/Al tertinggi dari 3.01 menjadi 3.99.* Kondisi optimum Tanah Napa sebagai adsorben untuk logam Pb(II) adalah pada pH 4, konsentrasi larutan optimum 250 mg/L, ukuran partikel dan suhu pemanasan adsorben pada 830-350µm dan 125°C, serta laju alir optimum yaitu 20 tetes/menit. Data hasil penelitian sesuai dengan kurva Langmuir yaitu jika diplot C/m sebagai fungsi C maka didapatkan kurva linear sehingga konstanta afinitas serapan (*k*) dan kapasitas serapan maksimum (*a<sub>m</sub>*) nya dapat diketahui dengan menggunakan persamaan isotherm adsorpsi Langmuir yaitu berturut-turut 20,8529 dan 9,34 mg/g.

## PRAKATA

Puji syukur pada Allah SWT karena berkat izin dan rahmatNya Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) yang berjudul “Kajian Pemanfaatan Tanah Napa Sumatera Barat Sebagai Material Adsorben Logam Berat dan Bahan Organik Toksik Dalam Larutan” telah dapat dilaksanakan.

Penelitian ini dilaksanakan berdasarkan Surat Penugasan Pelaksanaan Penelitian Program Desentralisasi Skema Unggulan Perguruan Tinggi Dana BOPT Tahun Anggaran 2014 dengan Surat Penugasan pelaksanaan penelitian desentralisasi Nomor: 253/UN35.2/PG/2014, Tanggal 17 April 2014.

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada :

1. Direktur Penelitian dan Pengabdian Masyarakat, Ditjen Dikti Kemendikbud
2. Rektor Universitas Negeri Padang melalui Lembaga Penelitian UNP yang telah membiayai penelitian ini melalui Dana Dana BOPT Tahun Anggaran 2013
3. Dekan FMIPA dan Ketua Jurusan Kimia serta Kepala Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.
4. Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang beserta staf
5. Semua pihak yang telah ikut membantu sehingga terlaksananya penelitian ini.

Mudah-mudahan hasil penelitian ini dapat bermanfaat untuk pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi umumnya, dan bidang Kimia Matera khususnya.

Padang, 28 November 2013  
Tim Peneliti

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
RINGKASAN .....	iii
PRAKATA .....	iv
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR TABEL .....	vi
DAFTAR GAMBAR .....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	viii
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Keutamaan Penelitian .....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA .....	5
A. Tanah Napa.....	5
B. Kaolinit .....	8
C. Zeolit dan Aktivasi Zeolit.....	9
D. Teori Adsorpsi.....	12
E. Peranan Instrumen Dalam Penelitian Mineral Aluminasilikat.....	14
BAB III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN .....	17
A. Tujuan penelitian.....	17
B. Manfaat penelitian.....	17
BAB IV. METODE PENELITIAN .....	19
A. Penelitian Secara Umum.....	19
B. Perlakuan Material Tanah Napa .....	21
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	27
A. Pengaruh Aktivasi Terhadap Struktur Tanah Napa.....	27
B. Pengaruh Kalsinasi Terhadap Struktur Tanah Napa .....	30
C. Pengaruh Aktivasi Terhadap Komposisi Tanah Napa .....	37
D. Pengaruh Kalsinasi Terhadap Komposisi Tanah Napa .....	39
E. Aktivasi Kimia Fisika Tanah Napa .....	41

F. Mempelajari Karakterisasi Adsorpsi Tanah Napa .....	43
G. Mempelajari Karakterisasi Adsorpsi Tanah Napa .....	43
BAB VI. RENCANA TAHAP BERIKUTNYA .....	53
BAB VII KESIMPULAN .....	54
DAFTAR PUSTAKA .....	55
LAMPIRAN .....	59



## DAFTAR TABEL

Halaman

<b>Tabel 2.1</b> Komposisi Tanah Napa yang berasal dari beberapa lokasi di Sumatera Barat (A-E) dibandingkan dengan Komposisi Mineral Aluminasilika lain (F-H).....	6
<b>Tabel 2.2.</b> Klasifikasi asam dan basa keras dan lunak.....	10
<b>Tabel 5.1</b> Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida pada Berbagai Konsentrasi.....	13
<b>Tabel 5.2</b> Komposisi Kimia Tanah Napa yang Dikalsinasi pada Berbagai Temperatur.....	38
<b>Tabel 5.3.</b> Massa Tanah Napa Sebelum dan Setelah Diaktivasi Fisika .....	39
<b>Tabel 5.4.</b> Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida dan dikalsinasi 400 <sup>o</sup> C .....	40
<b>Tabel 5.5.</b> Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida dan dikalsinasi 600 <sup>o</sup> C.....	41

## DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1. Kondisi Tanah Napa di daerah Lintau Kab. Tanah Datar Sumatera Barat.	5
Gambar 2.2 Pola difraktogram XRD dari tanah napa yang berasal dari (a) Kab. 50 Kota, (c) Kab. Tanah Datar, (d) Kab. Solok, (e) Kab. Pesisir Selatan.....	7
Gambar 2.3. Model Struktur kaolinite .....	9
Gambar 2.4. Struktur mordenit (a) dan klinoptilolit (b) sebagai komponen utama zeolit alam Indonesia .....	10
Gambar 4.1 Material Tanah Napa .....	19
Gambar 4.2 Langkah menentukan spesifikasi mineral .....	20
Gambar 4.3 Langkah menentukan spesifikasi adsorpsi adsorben .....	20
Gambar 4.4 Model Kolom yang digunakan pada sistem kontinu.....	24
Gambar 5.1 Karakterisasi Spetra FT-IR Tanah Napa .....	27
Gambar 5.2 Spektra FT-IR (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi .....	28
Gambar 5.3 Spektra FT-IR. (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi.....	29
Gambar 5.4 Spektra FT-IR. (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi.....	30
Gambar 5.5. Spektra FT-IR dari kalsinasi sebelum aktivasi. (a).Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C. (c). Kalsinasi 800°C.....	31
Gambar 5.6 Spektra FT-IR kalsinasi tanah napa. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C. (c). Kalsinasi 800°C .....	33
Gambar 5.7 Spektra FT-IR. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C (c). Kalsinasi 800°C .....	34
Gambar 5.8 Spektra FT-IR. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C (c). Kalsinasi 800°C .....	36
Gambar 5.9 Pengaruh pH Awal Larutan Ion $Pb^{2+}$ Terhadap Serapan Tanah Napa ..	44
Gambar 5.10 Pengaruh Konsentrasi Awal Larutan Logam $Pb^{2+}$ Terhadap Daya....	45
Gambar 5.11 Pengaruh pemanasan adsorben tanah napa terhadap kapasitas adsorpsi logam $Pb^{2+}$ .....	46
Gambar 5.12. Ikatan hidrogen air dengan gugus siloksan dan silanol	

Gambar 5.13 A) Ikatan gugus siloksan dengan ion logam; B) Gugus silanol dengan ion logam .....	47
Gambar 5.14 Pengaruh ukuran partikel adsorben tanah napa terhadap kapasitas adsorpsi logam $Pb^{2+}$ ....	48
Gambar 5.15 Pengaruh laju alir adsorpsi terhadap kapasitas adsorpsi logam $Pb^{2+}$ oleh adsorben tanah napa .....	49
Gambar 5.16 Struktur dan reaksi pebentukan silanol dari cincin siloksan .....	50
Gambar 5.17. Isoterm Langmuir adsorpsi $Pb(II)$ oleh adsorben tanah napa.....	52

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Bagan alir penelitian .....	59
Lampiran 2. Road Map Penelitian .....	60
Lampiran 4. Pengaruh pH awal larutan Pb(II) terhadap adsorpsi oleh tanah napa ...	61
Lampiran 5. Pengaruh konsentrasi awal larutan Pb(II) terhadap adsorpsi oleh tanah napa.....	61
Lampiran 6. Pengaruh Suhu Pemanasan Adsorben terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa .....	62
Lampiran 7. Pengaruh Ukuran Partikel Adsorben terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa .....	62
Lampiran 8. Pengaruh Laju Alir Eluen terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa...	63
Lampiran 9. Perhitungan Adsorpsi Isotherm Langmuir.....	63

# BAB I

## PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Tanah Napa atau Batu Napa merupakan sebutan masyarakat Sumatera Barat terhadap sejenis material alam yang sering digunakan sebagai obat sakit perut karena masuk angin atau diare, dengan cara memakannya setelah dipanaskan. Sehingga material ini dijual di pasar-pasar tradisional, seperti pasar di daerah Tanah Datar. Hasil penelusuran secara elektronik, belum ditemukan referensi terkait dengan material tanah napa yang berasal dari Sumatera Barat. Fakta ini merupakan titik awal kenapa material ini menjadi sangat menarik untuk diteliti.

Telah dilakukan penelitian tahun pertama, berupa karakterisasi mineral tanah napa dengan instrumen *Energy Dispersive X-ray fluorescence* (ED-XRF), *X-ray diffraction* (XRD), *fourir transform infrared* (FTIR) dan *scanning electron microscope* (SEM) Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia UNP. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa mineral tanah napa, yang cadangannya cukup melimpah di daerah Kabupaten Tanah Datar, Kota Solok, Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Pesisir Selatan dan Sumatera Barat umumnya, adalah kelompok mineral **aluminasilikat**, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data awal juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina**, **zeolit** dan **kuarza**.

Tanah napa, cuplikan sampel dari Kabupaten Tanah Datar, sebagai contoh mempunyai komposisi kimia rata-rata  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$  dan  $\text{K}_2\text{O}$ , masing-masing 64,52%; 24,99%; 5,98%; 0,65%; 2,33% dan 0,89%. Sebagai pembanding, komposisi kimia *Natural Zeolite Clinoptilolite* yang diproduksi oleh industri *Gravis Mining Co* kandungan  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  masing-masing 65-72%; 10-12%; 2,3-3,5%; 2,5-3,7%; 0,9-1,2% dan 0,8-1,9%. (Gravis Mining Co, 2012), sedangkan analisis kimia zeolit 4A mengandung  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$  masing-masing 51,69; 41, 09; 0,2 dan 6,03% (Dizadji, *at. al*, 2012)

Mineral aluminasilikat kelompok **kaolin**, **zeolit**, dan **alumina** cadangannya cukup melimpah di beberapa daerah di Sumatera Barat merupakan material alam yang

nilai komersialnya sangat tinggi karena kegunaannya sangat luas. Kaolin digunakan, diantaranya pada *industri kertas*, yaitu sebagai bahan pengisi (filler material) dan sebagai bahan pelapis (coating material), *industri keramik*, kaolin digunakan sebagai bahan body maupun bahan glasir untuk meningkatkan kualitas warna produk sehingga menjadi lebih cerah, *industri karet*, sebagai bahan vulkanisir untuk meningkatkan kekuatan dan ketahanan karet, *industry cat*, sebagai bahan extender produk cat, pengganti warna cat dan untuk membuat cat berwarna cemerlang, *industri plastic*, untuk membuat permukaan plastik menjadi rata dan membuat plastik resisten terhadap kerusakan karena zat-zat kimia, *industri fiberglass*, sebagai zat penguat dan untuk memperbaiki proses integrasi fiber terhadap produk yang penguatannya menggunakan plastik dan *industri semen*, sebagai bahan tambahan sumber mineral aluminasilikat. Mineral aluminasilikat kegunaannya juga sangat luas dalam bidang *water treatment*, *wastewater treatment*, *agriculture*, *horticulture*, *aquaculture*, *household products* dan *industrial products*.

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian yang lebih terpusat dan mendalam berbasis material/mineral aluminasilikat merupakan peluang penelitian prospeknya sangat bagus karena termasuk bidang **penelitian material** dan **nanoteknologi** yang perkembangannya sangat pesat. Disamping itu, yang tidak kalah penting, adalah kesempatan untuk menggali dan mengoptimalkan pemanfaatan sumber daya alam kedaerahan, terutama yang berasal dari daerah Sumatera Barat, karena berdasarkan penelusuran kepustakaan elektronik yang telah dilakukan, belum ditemukan laporan penelitian yang mengkaji tentang material aluminasilikat Sumatera Barat yang dilakukan oleh peneliti lain.

Faktor lain yang sangat menunjang keterlaksanaan penelitian ini secara mendalam, meluas dengan keluaan data/informasi yang lebih baik, layak dan berkualitas (kevalidan) tinggi adalah tersedianya instrumen-instrumen pendukung pengambilan data penelitian di Universitas Negeri Padang, khusus Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), diantaranya instrumen *Energy-Dispersive-X-Ray-Fluorescence analysis (ED-XRF)*, *X-ray diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Thermogravimetric Analyzer (TGA)* dan *Differential Thermal Analysis (DTA)*, *Atomic Absorption Spectrometer (AAS)*, *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer (GC-MS)*, *Hight Ionic Chromatography*

(HIC), *High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) Hight Performanionic Chromatogaphy* (HIC), , *BOD Incubator*, *COD Thermo Reactor* dan *DO Meter*.

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian yang lebih fokus mengkaji salah satu **sumber daya alam Sumatera Barat** yang ditunjang dengan **ketersediaan instrument/fasilitas pendukung** dapat menjadi **penelitian unggulan** bagi **Universitas Negeri Padang**, sekaligus dapat mengoptimalkan potensi sumber daya manusia, alam dan sarana prasarana yang dimiliki, sehingga dapat memberikan kontribusi optimal bagi daerah Sumatera Barat dan perkembangan ilmu pengetahuan secara umum, karena sangat terbuka peluang untuk melakukan penelitian lanjutan dan mendalam (*advance*).

## **B. Keutamaan Penelitian**

Telah dilakukan penelusuran pustaka untuk melacak sejauh mana tanah napa yang berasal dari daerah Sumatera Barat ini telah diteliti. Sejauh ini referensi dan informasi tentang tanah napa dilaporkan oleh Mawardi, dkk (2012) yang telah melakukan penelitian untuk mengetahui karakteristik adsorpsi tanah napa yang berasal dari Kabupaten Solok sebagai adsorben ion krom dalam larutan. Data yang diperoleh memperlihatkan bahwa kapasitas serapan maksimum adsorben tanah napa untuk masing-masing ion  $Cr^{3+}$  dan  $Cr^{6+}$  berturut-turut adalah 3,28 mg dan 0,868 mg per gram adsorben. Efisiensi penyerapan ion oleh adsorben tanah napa cukup baik dan disimpulkan bahwa teknik ini dapat digunakan untuk tujuan pemekatan ion kromium yang terdapat dalam bentuk runut (*trace*) dalam limbah. Mawardi, dkk (2012) juga telah meneliti pengaruh penggunaan tanah napa sebagai zat aditif pada semen pengganti *fly ash* terhadap karakteristik semen yang dihasilkan. Hasil penelitian memperlihatkan bahwa kuat tekan dan kehalusan butiran semen semakin menurun dengan besarnya jumlah penggunaan tanah napa, sedangkan bagian tak larut dan hilang pijar semen semakin meningkat.

Data penelitian tahun ke-1 yang telah dilakukan memberikan informasi bahwa mineral tanah napa adalah kelompok mineral **aluminasilikat**, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina**, **zeolit** dan **kuarza**. Mineral aluminasilikat kelompok **kaolin**, **zeolit**, dan **alumina** yang cadangannya cukup melimpah di beberapa daerah di

Sumatera Barat merupakan material alam yang nilai komersialnya sangat tinggi karena kegunaannya sangat luas.

Kaolin digunakan dalam *industri kertas, industri keramik, industri karet, industry cat, industri plastic, industri fiberglass* dan *industri semen*. Disamping itu, secara umum, mineral aluminasilikat, juga sangat luas dalam bidang *water treatment, wastewater treatment, agriculture, horticulture, aquaculture, household products* dan *industrial products*.

Peluang untuk melakukan penelitian lanjutan dan mendalam sangat besar karena didukung dan sangat terkait dengan telah tersedianya peralatan dan instrumentasi yang cukup canggih di laboaratorium Universitas Negeri Padang, khususnya di Fakultas Matematika dan Ilmu Penetahuan Alam, seperti *Energy-Dispersive-X-Ray-Fluorescence analysis (ED-XRF), X-ray diffraction (XRD), Fourir Trasform Infrared (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), Thermogravimetric Analyzer (TGA)* dan *Differential Thermal Analysis (DTA), Atomic Absorption Spectrometer (AAS), Hight Ionic Chromatography (HIC)*.

Dengan demikian penelitian ini **sangat penting** untuk dilakukan dan berpeluang dilakukan penelitian pendalaman, pengembangan tentang material (sumber daya alam) berbasis material aluminasilikat yang berasal dari daerah Sumatera Barat. Berdasarkan penelusuran kepustakaan yang telah dilakukan, belum ditemukan laporan penelitian tentang material ini yang dilakukan oleh peneliti lain, khususnya cadangan **mineral aluminasilikat** yang bersumber dari daerah Sumatera Barat, sehingga penelitian yang lebih fokus mengkaji salah satu **sumber daya alam Sumatera Barat** yang ditunjang dengan **ketersediaan instrument/fasilitas pendukung** dapat menjadi **penelitian unggulan** bagi **Universitas Negeri Padang**, sekaligus dapat mengoptimalkan potensi sumber daya manusia, alam dan sarana prasarana yang dimiliki, sehingga dapat memberikan kontribusi optimal bagi daerah Sumatera Barat dan perkembangan ilmu pengetahuan secara umum, karena sangat terbuka peluang untuk melakukan penelitian lanjutan dan mendalam (*advance*). Itulah keutamaan penelitian ini, yang didukung oleh semua pihak.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **A. Tanah Napa**

Tanah Napa atau Batu Napa merupakan sebutan masyarakat Sumatera Barat, juga Bengkulu, terhadap sejenis mineral alam dengan ciri tertentu, yang sering digunakan sebagai obat, seperti obat sakit perut disebabkan masuk angin atau diare, dengan cara memakannya setelah terlebih dahulu dibakar (direndang). Mineral ini sering ditemui dijual di pasar-pasar tradisional, seperti pasar di daerah Tanah Datar.

Mineral ini (seperti terlihat pada Gambar 2.1), diketahui cadangannya cukup melimpah di beberapa daerah (kabupaten) di Sumatera Barat, seperti Kabupaten Tanah Datar, Kabupaten 50 Kota Kabupaten Solok dan Kabupaten Pesisir Selatan, dengan nama tanah/batu napa.



**Gambar 2.1.** Kondisi Tanah Napa di daerah Lintau Kab. Tanah Datar

Sumatera Barat. (Sumber : Dokumentasi Mawardi, 2013)

Hasil penelusuran pustaka secara elektronik yang telah dilakukan, belum ditemukan referensi terkait dengan material tanah napa yang berasal dari Sumatera Barat.

Hasil penelitian tahun pertama, berupa karakterisasi mineral tanah napa dengan instrumen *Energy Dispersive X-ray fluorescence* (EDXRF), *X-ray diffraction* (XRD), *fourier transform infrared* (FTIR) dan *scanning electron microscope* (SEM) menghasilkan informasi/data penelitian bahwa mineral tanah napa, yang cadangannya cukup melimpah di daerah Kabupaten Tanah Datar, Kota Solok, Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Pesisir Selatan dan Sumatera Barat umumnya, adalah kelompok mineral **aluminasilikat**, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data awal juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina, zeolit dan kuarza** (Mawardi, 2013)

**Tabel 2.1** Komposisi Tanah Napa yang berasal dari beberapa lokasi di Sumatera Barat (A-E) dibandingkan dengan Komposisi Mineral Aluminasilika lain (F-H)

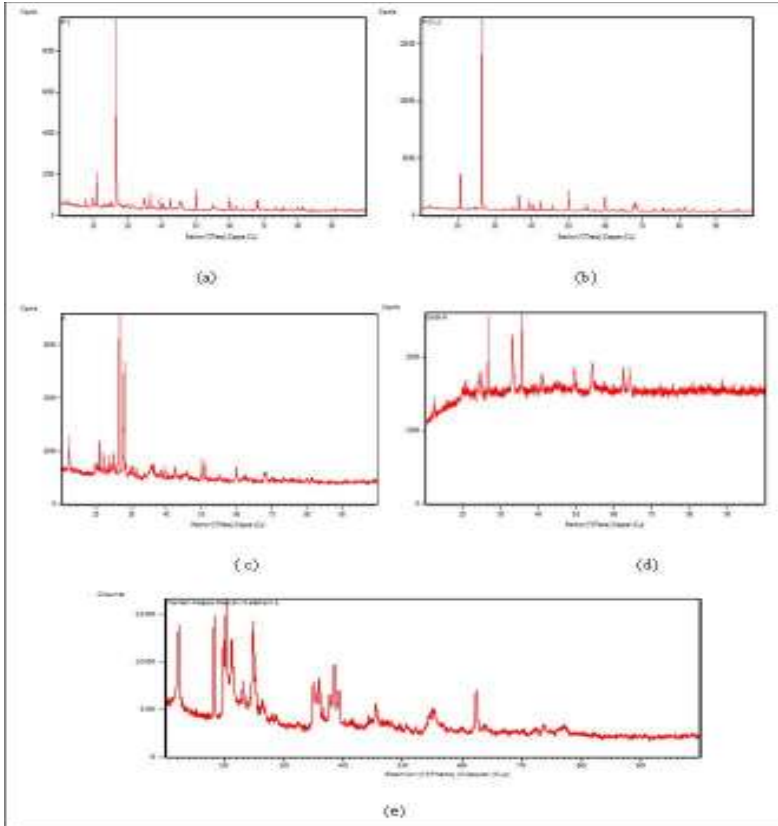
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
<b>A</b>	68.70	21.24	2.168	0,743	trace	6.358	trace	3.23
<b>B</b>	66.21	19.42	2.982	0,913	trace	9.832	trace	3.40
<b>C</b>	64.42	24.99	5.976	0.654	2.331	0.892	trace	2.58
<b>D</b>	70.43	20.52	3.67	0.40	2.70	1.26	trace	3.43
<b>E</b>	51.70	41.52	2.129	3.201	0.426	0.156	trace	1.24
<b>F</b>	65-72	10-12	0,8-1,9	-	2,5-3,7	2,3-3,5	trace	6.5-6.0
<b>G</b>	49.50	35.50	0.29	0.09	trace	trace	trace	1.39
<b>H</b>	46.22	37.30	1.02	0.21	0.26	0.23	trace	1.24
<b>I</b>	68.17	11.05	0.53	0.19	3.93	1.11	0.6	6.17

**Ket:** A = mineral berasal dari Kec. Situjuh Kab. 50 Kota  
 B = mineral berasal dari Kec. Sarilamak Kab. 50 Kot  
 C = mineral berasal dari Kec. Lintau Kab. Tanah Datar  
 D = mineral berasal dari Kec. X Koto Kab. Solok  
 E = mineral berasal dari Kec. Batang Kapeh Kab. Pesisir Selatan  
 F = *Natural Zeolite Clinoptilolite* produksi Gravis Mining Co,(2012) .  
 G = Produk komersial Kaolin dari Selandia baru (Saklar, 2012)  
 H = Produk komersial Kaolin dari Turki (Saklar, 2012)

I = Zeolit alam (Clinoptilolite) dari Pegunungan Alborz, Iran  
(Masouri et al, 2013)

Hasil analisis komposisi tanah napa yang berasal dari masing-masing lokasi di Sumatera Barat dengan instrument EDXRF (Merk: PAN alytical, Type: Epsilon 3) dan dibandingkan dengan beberapa mineral aluminasilika dari negara lain seperti terlihat dalam Tabel 2.1 (Mawardi, 2013).

Analisis dengan XRD masing-masing tanah napa yang berasal dari lokasi Kabupaten Tanah Datar, Kabupaten Solok, Kabupaten 50 Kota dan Kabupaten Pesisir Selatan menghasilkan pola difraktogram seperti terlihat pada Gambar 2.2 (a-e).



**Gambar 2.2** Pola difraktogram XRD dari tanah napa yang berasal dari (a) dan (b) Kab. 50 Kota, (c) Kab. Tanah Datar, (d) Kab. Solok, (e) Kab. Pesisir Selatan

Berdasarkan pola data difraktogram yang diperoleh, salah satu kandungan mineral yang terpenting adalah kaolinite (Mawardi, 2013). Kaolin banyak digunakan untuk berbagai macam aplikasi dalam industry berdasarkan sifat fisika dan sifat kimianya. Pemanfaatan kaolin sebagian besar untuk industri kertas (45%), refraktori dan keramik (31%), fiberglas (6%), semen (6%), karet dan plastik (5%), cat (3%) dan lain sebagainya (45%) (Murray, 2002). Untuk memperbaiki sifat kaolin, berbagai metode aktivasi telah dilakukan para peneliti misalnya melalui metode aktivasi asam, aktivasi basa dan metode aktivasi termal melalui proses kalsinasi (Belver et. al., 2002).

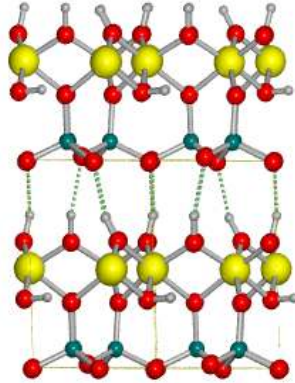
## **B. Kaolin**

Kaolinit adalah mineral polisilikat dengan rumus umum  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ . Kaolinit terdiri dari bolak lapisan silikat ( $Si_2O_5$ ) dan gipsit ( $Al_2(OH)_4$ ). Kristal kaolinit biasanya diatur dalam piring pseudoheksagonal membentuk serpihan agregat dan memiliki sifat kimia yang sama seperti *polymorphshalloysite*, *dickite* dan *nacrite*, seperti terlihat pada Gambar 2.3. Kaolin clay terbentuk sebagai akibat dari perubahan alumosilikat (*feldspar*, *feldspathoid*, *spodumene*, *sillimanite*) dan gelas vulkanik, kadang-kadang diubah oleh larutan hidrotermal asam. Selain kaolinit, tanah liat kaolin biasanya mengandung mineral yang berbeda (seperti kuarsa, feldspar, dan kalsit). Hal ini sebagian besar putih, tetapi juga bisa menjadi abu-abu, kuning atau merah.

Kaolinit adalah salah satu mineral yang paling umum. Volume besar tanah liat kaolinit digunakan untuk produksi semen, keramik, batu bata dan porselen; permintaan terbesar untuk kaolinit dalam industri kertas untuk menghasilkan kertas berkualitas tinggi. Hal ini juga digunakan sebagai pengisi untuk cat, karet dan plastik. Kaolinit tanah liat ditemukan aplikasinya dalam kedokteran, dalam pasta gigi, kosmetik dan sebagai aditif pakan. Baru-baru ini, semprot khusus diformulasikan digunakan dalam buah dan sayuran produksi untuk mengusir serangga dan mencegah terbakar matahari.

Ada minat yang berkelanjutan untuk memanfaatkan mineral lempung yang dipilih termasuk kaolinites dalam konstruksi industri. Secara konvensional, khusus kelas kaolin tanah liat yang digunakan untuk produksi semen putih klinker dan selanjutnya, semen putih. Sejak kimia semen putih tidak mengizinkan adanya fase ferit (C4AF),

kemurnian Si-, Ca, sumber Al- sangat penting untuk kualitas semen putih. Kaolin clay untuk semen putih harus mengandung sekitar 65-80% SiO<sub>2</sub>, tidak lebih dari 1,0% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kurang dari 0,8% dari TiO<sub>2</sub> dan hanya jejak MnO [37]. Biasanya, kaolin cocok mengandung 70-73% dari SiO<sub>2</sub>, 18-20% dari Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,4-1% dari Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan 0-0,8% TiO<sub>2</sub> dan tidak ada MnO.



**Gambar 2.3.** Model Struktur kaolinite  
[<http://www.crystal.unito.it/prtfreq/jmol.html>, diunduh 28 Oktober 2014).

### C. Zeolit dan Aktivasi Zeolit

Zeolit adalah mineral alam berpori (berliang renik) berupa kristal alumina silikat terhidrasi yang mengandung kation-kation alkali dan alkali tanah dalam rangka tiga dimensi, bersifat pertukaran kation, molekul berpori, bersifat katalis dan mengadsorpsi kation logam, zat warna (celupan), ion ammonium (Taffarel and Rubio, 2010; Yuxian, 2011; Jassim, *et. al*, 2012; Rosales, *et. al*, 2012; Hani, *et. al*, 2012; Fasaei, *et. al*; 2012; Georgiev, *et. al*, 2012; Zheng, *et. al*; 2008 ). Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit tetrahedral AlO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> yang saling berhubungan melalui atom O, sehingga zeolit mempunyai rumus empiris sebagai berikut  $x/n M^{n+}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y] \cdot zH_2O$ . Komponen pertama  $M^{n+}$  adalah sumber kation yang dapat bergerak bebas dan dapat dipertukarkan secara sebagian atau secara sempurna oleh kation lain (Taenzana, 2011).

Zeolit alam yang terkandung dalam sumber daya mineral mempunyai kelimpahan yang cukup besar di Indonesia khususnya pada lokasi yang secara geografis terletak di jalur pegunungan vulkanik. Di wilayah Indonesia sangat banyak ditemukan mineral

zeolit, seperti di daerah Bayah, Cibinong, Bogor, Sukabumi, Lampung, dan Tasikmalaya, Malang, Wonosari dan Bogor (Ginting, dkk, 2007; Wustoni, dkk, 2011). Sumber zeolit alam di Indonesia pada umumnya mengandung topologi zeolit *Mordenite*, *Clinoptilolite* dan *Smectite* (Suminta, 2005). Kemurnian yang rendah dari zeolit alam menyebabkan pemanfaatannya yang tidak optimal dibandingkan dengan zeolit sintetik. Berdasarkan fakta ini, salah satu peluang penelitian yang dapat dilakukan adalah peningkatan kemurnian zeolit alam serta memiliki kristalinitas yang tinggi, sehingga nilai manfaat atau aplikasinya dapat ditingkatkan (Chiban, 2012; Weitkamp, 2000).



**Gambar 2.4.** Struktur mordenit (a) dan klinoptilolit (b) sebagai komponen utama zeolit alam Indonesia [Utubira, dkk, 2006].

Zeolit digunakan sebagai pengemban (penyokong) karena struktur kristalnya berpori dan memiliki luas permukaan yang besar, tersusun oleh kerangka silika–alumina. Zeolit alam memiliki stabilitas termal yang tinggi, harganya murah serta keberadaannya cukup melimpah. Penggunaan zeolit secara umum digunakan untuk detergen, industri petrokimia dan pertambangan minyak, katalis, adsorben, pemisah gas, agrikultural dan hortikultural, pigmen, dan perhiasan. (Grassi.M, *et.al*, 2012; Ismail, *et.al*, 2012; Jassim, *et.al*, 2012; Gravis Mining Co, 2012; Weitkamp, 2000). Pada zeolit ini, terdapat alkali dan alkali tanah kation logam biasanya ditemukan dalam larutan mineral. Struktur zeolit, dimana satu unit zeolit memiliki 3-dimensi, 4-struktur kerangka penghubung dari  $TO_4$  tetrahedra ( unit bangunan dasar), dimana T adalah kation yang terkoordinasai secara tetrahedral (T=Si atau Al).

Dalam penjelasan struktur zeolit hampir selalu didahului dengan penjelasan tipe kerangka dalam pembukaan pori-pori dan dimensionalitas dari sistem saluran. Banyaknya bentuk struktural seperti sangkar, saluran, rantai, dan lembaran adalah tipe

dari beberapa kerangka zeolit, jadi desainnya seperti rongga, dan sangkar, unit segi delapan, poros, dan rantai double poros, seperti terlihat pada Gambar 2.4

Peningkatan mutu zeolit alam melalui proses aktivasi (pemurnian) dan modifikasi dimaksudkan untuk memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi daya katalisis, adsorben maupun pertukaran ion. Proses aktivasi zeolit alam dapat dikelompokkan ke dalam tiga cara, yaitu aktivasi secara kimia, aktivasi secara fisika dan aktivasi kimia fisika.

### **1. Aktivasi secara Kimia**

Aktivasi secara kimia bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan. Prinsip aktivasi secara kimia ini adalah penambahan pereaksi tertentu sehingga didapatkan pori-pori zeolit yang bersih (aktif). Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan asam-asam mineral atau basa-basa kuat (Is Fatimah, 2000).

Perbandingan Si/Al dapat dimodifikasi menggunakan asam-asam mineral (Barrer, 1978). Tsitsislivili et al. (1992) mendapatkan bahwa perlakuan asam pada clinoptilolit dapat meningkatkan porositas dan kapasitas adsorpsi untuk molekul-molekul yang relatif besar. Polaritas zeolit bergantung pada perbandingan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang terkandung dalam zeolit. Polaritas menurun dengan meningkatnya perbandingan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (Derouane, 1985). Peningkatan perbandingan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  pada perlakuan asam dapat disebabkan oleh terjadinya proses dealuminasi. Dealuminasi yaitu suatu teknik modifikasi zeolit melalui pengurangan aluminium dikerangka maupun pada permukaan zeolit. Zeolit biasanya dilengkapi lebih dari satu sisi untuk pertukaran kation (Kgs Ahmadi, 2009).

### **2. Aktivasi secara Fisika**

Aktivasi secara fisika dilakukan dengan pemanasan pada suhu tinggi (kalsinasi). Pemanasan ini akan melepaskan air yang terangkap pada pori-pori kristal zeolit. Aktivasi secara fisika ini akan meningkatkan luas permukaan pori-pori zeolit karena pemanasan zeolit akan meningkatkan porositas (Kgs Ahmadi, 2009). Proses aktivasi secara fisika dilakukan dengan cara pemanasan baik secara kontak langsung maupun tak langsung (sistem vakum) dengan tujuan menguapkan air kristal yang terperangkap di

dalam pori-pori zeolit sehingga luas permukaan internal pori meningkat (Is Fatimah, 2000).

### 3. Aktivasi Kimia Fisika

Aktivasi kimia fisika merupakan suatu metode untuk mengaktivasi zeolit dengan cara menggabungkan kedua cara aktivasi tersebut. Pertama-tama dilakukan aktivasi kimia yaitu dengan cara penambahan pereaksi tertentu dapat berupa asam ataupun basa. Selanjutnya proses aktivasi dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur tertentu dengan tujuan menguapkan air kristal yang terperangkap di dalam pori-pori zeolit sehingga luas permukaan internal pori meningkat (Is Fatimah, 2000).

### D. Teori Adsorpsi

Peristiwa adsorpsi dapat terjadi pada adsorbent yang pada umumnya beberapa zat padat. Adsorpsi oleh zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisis (*fisisorpsi*) dan adsorpsi khemis (*chemisorpsi*). Adsorpsi fisik disebabkan oleh gaya *van der Waals*. Pada adsorpsi secara kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan (Adamson, 1990). Pada peristiwa *chemisorpsi*, umumnya kapasitas adsorpsi akan bertambah dengan bertambahnya temperatur. Kenaikan temperatur cukup tinggi memungkinkan terjadinya perubahan adsorpsi fisis menjadi adsorpsi kimia. Penyerapan secara kimia terjadi apabila terbentuk ikatan kimia antara molekul terserap dengan pusat aktif penyerap. Karena terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan maka panas penyerapan yang dihasilkan besar dari 35 kJ/mol ( $-\Delta H_{chemisorption}^0 > 35 \text{ kJmol}^{-1}$ ).

Proses penyerapan dapat dinyatakan dengan suatu persamaan kimia. Jika zat terserap adalah suatu gas, persamaan reaksi keseimbangan dapat ditulis :



Dengan M adalah gas terserap, B adalah pusat aktif pada permukaan penyerap dan MB adalah molekul M yang terikat pada pusat aktif atau pusat aktif permukaan penyerap yang ditempati oleh molekul M. Penyerapan mula-mula meningkat secara linier sesuai dengan tekanan, kemudian penyerapan berangsur-angsur berkurang dan pada tekanan gas yang cukup tinggi penyerapan dianggap mempunyai nilai yang konstan serta



permukaan penyerap jenuh dengan zat terserap, membentuk lapisan bermolekul tunggal (Oscik.1982)

Untuk penyerapan setiap ion logam dari larutan, tekanan diganti menjadi konsentrasi  $c$ , yaitu konsentrasi ion logam bebas saat seimbang (Ramelow dkk.1996), sehingga diperoleh:

$$a = \frac{a_m kc}{1 + kc} \quad (2)$$

Langmuir menggambarkan bahwa pada permukaan absorben terdapat sejumlah tertentu pusat aktif (active site) yang sebanding dengan luas absorben. Pada setiap pusat aktif hanya satu molekul yang diserap. Ikatan yang terjadi antara zat yang terserap dengan penyerap (adsorben) dapat terjadi secara fisika dan secara kimia. Persamaan *Adsorpsi Isoterm Langmuir*, dapat ditulis dalam bentuk persamaan linier (Ocsik, 1982), yaitu :

$$\frac{c}{a} = \frac{1}{a_m k} + \frac{1}{a_m} c \quad (3)$$

atau

$$\frac{1}{a} = \frac{1}{a_m} + \frac{1}{a_m k} \cdot \frac{1}{c} \quad (4)$$

dimana:  $a$  adalah miligram logam yang terserap per gram biomaterial kering;  $k$  adalah konstanta keseimbangan (afinitas serapan);  $c$  adalah konsentrasi ion bebas saat seimbang (mg/L);  $a_m$  adalah miligram logam terserap pada keadaan jenuh (kapasitas serapan maksimum), biasa juga ditulis dengan notasi  $b$ . Menurut Crist, dkk, (1992), bila plot  $c/a$  versus  $c$  berupa garis lurus, maka dapat dikatakan bahwa data yang diperoleh memenuhi persamaan Adsorpsi Isoterm Langmuir dan hal tersebut berarti antara zat terserap dengan pusat aktif penyerap, membentuk lapisan tunggal pada permukaan penyerap (*monolayer adsorption*). Apabila  $c/a$  diplot terhadap  $c$  atau  $1/a$  terhadap  $1/c$  maka akan diperoleh garis linier, sehingga konstanta afinitas serapan ( $k$ ) dan kapasitas serapan maksimum ( $a_m$ ) dapat ditentukan dari slope dan intersep.

Menurut Ramelow (1996), apabila konsentrasi  $a$  diplot terhadap waktu ( $t$ ), maka setiap kurva mencapai suatu nilai tetap ( $a_\infty$ ) pada titik jenuh. Ketika nilai  $\ln a$  diplot terhadap waktu ( $t$ ), maka konstanta laju orde pertama ( $k$ ) dapat dihitung dari *slope* awal. Setelah menghitung konstanta laju pada suhu yang berbeda, maka  $\ln k$  versus  $1/T$  dapat diplot dan energi aktivasi ( $E_a$ ) dapat dihitung dari *slope*.

Pearson dalam Wood dan Wang (1983), mengelompokkan urutan pembentukan kompleks dari ion-ion anorganik atas asam dan basa keras serta asam dan basa lunak. Dalam Tabel 2.2 ditunjukkan klasifikasi logam-logam dan ligan-ligan penting yang berinteraksi sebagai asam atau basa keras atau lunak. Ligan yang mempunyai atom donor dengan keelektronegatifan tinggi adalah suatu basa keras, sedangkan ligan dengan atom donor yang mudah terpolarisasi adalah basa lunak. Secara umum, kation-kation keras (asam Lewis) dengan ligan-ligan keras (basa Lewis) akan membentuk kompleks yang stabil, sedangkan asam-asam lunak membentuk kompleks yang sangat stabil dengan basa lunak

**Tabel 2.2. Klasifikasi asam dan basa keras dan lunak**

<b>Asam keras</b>	<b>Antara</b>	<b>Asam Lunak</b>
H <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , Be <sup>+2</sup> , Mg <sup>+2</sup> , Ca <sup>+2</sup> , Mn <sup>+2</sup> , Al <sup>+3</sup> Cr <sup>+3</sup> , Co <sup>+3</sup> , Fe <sup>+3</sup> , As <sup>+3</sup>	Fe <sup>+2</sup> , Co <sup>+2</sup> , I <sup>+2</sup> Cu <sup>+2</sup> , Zn <sup>+2</sup> , Pb <sup>+2</sup> Sn <sup>+2</sup>	Cu <sup>+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Au <sup>+</sup> , Ti <sup>+</sup> Hg <sup>+2</sup> , CH <sub>3</sub> Hg <sup>+</sup> , Cd <sup>+2</sup> , Pt <sup>+2</sup> , Pd <sup>+2</sup>
<b>Basa Keras</b>	<b>Antara</b>	<b>Basa Lunak</b>
H <sub>2</sub> O, OH <sup>-</sup> , F <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> , CO <sub>3</sub> <sup>-2</sup> , ROH, RO <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , NH <sub>3</sub> , RNH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , R <sub>2</sub> O, ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Br <sup>-</sup> , NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>3</sub> <sup>-2</sup> N <sub>3</sub> <sup>-</sup> , C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub> , C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N, N <sub>2</sub>	RSH, S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>-2</sup> , RS <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup> , C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> , H <sup>-</sup> , CO, H <sub>2</sub> S, CN <sup>-</sup> , R <sub>3</sub> P, I <sup>-</sup> (RO) <sub>3</sub> P, R <sub>3</sub> As

*Sumber* : Pearson , Frosner dan Wittman, dalam Wood and Wang, 1983

## E. Peranan Instrumen Dalam Penelitian Mineral Aluminasilikat

Diantara instrumen yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah:

### 1. *Energy-Dispersive-X-Ray-Fluorescence analysis (ED-XRF)*

Instrumen XRF mampu untuk menentukan komposisi unsur material dengan cepat dan non destruktif , seperti sampel logam dan logam mulia, batuan dan tanah, sampel lumpur dan cair, permukaan yang dicat , termasuk kayu, beton, plester, drywall dan bahan bangunan lainnya. Setiap unsur yang ada dalam sebuah sampel menghasilkan sebuah kumpulan karakteristik X-ray yang khusus yang merupakan sebuah “sidik jari” untuk unsur tertentu. Alat analisa XRF menentukan kimiawi sampel dengan mengukur spektrum karakteristik sinar-x yang dipancarkan oleh unsur-unsur yang berbeda dalam sampel bila diterangi oleh sinar-x.

X-ray fluorescens terbentuk ketika sebuah sinar-x dari energi yang cukup menyerang sebuah atom dalam sampel, mengeksitasi sebuah elektron dari salah satu kulit orbit di bagian dalam atom. Atom mengembalikan stabilitas, mengisi posisi yang ditinggalkan di kulit orbit di bagian dalam dengan elektron dari salah satu orbit energi atom yang lebih tinggi. Elektron turun ke keadaan energi yang lebih rendah dengan merilis sebuah sinar-x fluorescens, dan energi dari sinar-x ini adalah sama dengan perbedaan spesifik dalam energi antara dua keadaan kuantum dari elektron.

Ketika sebuah sampel diukur menggunakan XRF, setiap unsur yang ada dalam sampel mengeluarkan spektrum energi sinar-x fluorescens yang unik sendiri. Dengan mengukur X-ray fluorescens yang dikeluarkan oleh unsure-unsur yang berbeda dalam sampel secara bersamaan.

## 2. Difraksi X-ray (XRD)

Penamaan difraktometer ini ditentukan oleh sumber radiasi yang digunakan yaitu difraktometer neutron, sinar x dan electron. Prinsip dari *X-ray Diffractometer* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar x yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan merepresentasikan struktur kristal. Dari analisa pola difraksi dapat ditentukan parameter kisi, ukuran kristal, identifikasi fasa kristalin. Jenis material dapat ditentukan dengan membandingkan hasil XRD dengan katalog hasil difaksi berbagai macam material. X ray difraksi Instrumen menyediakan satu analisis struktur kristal, polycrystalline dan amorphous sampel. termasuk tahap analisis kualitatif dan analisis kuantitatif

## 3. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

SEM dipakai untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel. Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran dan susunan partikel. EDX (*Energy Dispersive X-ray*), merupakan karakterisasi material menggunakan sinar-x yang diemisikan ketika material mengalami tumbukan dengan elektron.

#### 4. *Fourier transform infrared (FTIR).*

*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) atau spektroskopi infra merah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang  $0,75 - 1.000 \mu\text{m}$  atau pada Bilangan Gelombang  $13.000 - 10 \text{ cm}^{-1}$ . Radiasi elektromagnetik dikemukakan pertama kali oleh James Clark Maxwell, yang menyatakan bahwa cahaya secara fisis merupakan gelombang elektromagnetik, artinya mempunyai vektor listrik dan vektor magnetik yang keduanya saling tegak lurus dengan arah rambatan.

Bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, makamolekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi terjadilah transisiantara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (excitedstate). Pengabsorpsian energy pada berbagai frekuensi dapat dideteksi olehspektrofotometer inframerah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui suatu cuplikan sebagai fungsi frekuensi (atau panjanggelombang) radiasi. Plot tersebut disebut spectrum inframerah yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul.

Vibrasi ulur dan tekuk adalah cara vibrasi yang dapat dieksitasi oleh sinar dengan bilangan gelombang (jumlah gelombang per satuan panjang) dalam rentang  $1200-4000 \text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan daerah antara  $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  seringkali sangat rumit, karena vibrasi regangan maupun bengkokan mengakibatkan absorpsi pada daerah tersebut. Dalam daerah  $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  tiap senyawa organik mempunyai absorpsi yang unik, sehingga daerah tersebut sering juga disebut sebagai daerah sidik jari (fingerprint region).

#### 5. *Atomic Absorbtion Spectroscopy (AAS)*

Spektrometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metalloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas . Atom suatu unsur akan menyerap energi dan terjadi eksitasi atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini tidak stabil dan akan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan sebagian atau seluruh tenaga eksitasinya dalam bentuk radiasi.

Frekuensi radiasi yang dipancarkan karakteristik untuk setiap unsur dan intensitasnya sebanding dengan jumlah atom yang tereksitasi yang kembali ke keadaan dasar. Penyerapan ini menyebabkan terjadinya pengurangan intensitas radiasi yang diberikan. Pengurangan intensitasnya sebanding dengan jumlah atom yang berada pada keadaan dasar tersebut

### BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

#### A. Tujuan Penelitian

Tujuan khusus yang hendak dicapai dari penelitian tahun ke-2 ini adalah:

1. Melakukan pemurnian, kalsinasi dan aktivasi mineral;
2. Menentukan struktur mineral murni dan teraktivasi dan spesifikasi besaran fisika dan kimianya;
3. Mempelajari karakteristik sifat adsorpsi masing-masing mineral tanah napa *fresh* (belum murni) dan mineral murni terhadap kation logam berat dalam larutan simulasi yang dikontak dengan *sistem kontinu* akibat dari parameter (variabel) laju alir, ukuran partikel, pemanasan adsorben, pH larutan dan konsentrasi adsorbat;
4. Menghitung besaran spesifik sifat mineral sebagai adsorben dengan Persamaan Adsorpsi Isoterm Langmuir sehingga diperoleh data konstanta keseimbangan (afinitas serapan) dan kapasitas serapan maksimum.

#### B. Manfaat Penelitian

Mineral aluminasilikat kelompok **kaolin**, **zeolit**, dan **alumina** cadangannya cukup melimpah di beberapa daerah di Sumatera Barat merupakan material alam yang nilai komersialnya sangat tinggi karena kegunaanya sangat luas, maka penelitian yang lebih terpusat dan mendalam berbasis material/mineral aluminasilikat merupakan peluang penelitian prospeknya sangat bagus karena termasuk bidang **penelitian material** dan **nanoteknologi** yang perkembangannya sangat pesat. Disamping itu, kesempatan untuk menggali dan mengoptimalkan pemanfaatan sumber daya alam kedaerahan, terutama yang berasal dari daerah Sumatera Barat, karena berdasarkan penelusuran kepustakaan elektronik yang telah dilakukan, belum ditemukan laporan penelitian yang mengkaji tentang material aluminasilikat Sumatera Barat yang dilakukan oleh peneliti lain.

Pengkajian dan penelitian potensi mineral aluminasilikat ini dapat menjadi penelitian unggulan bagi Universitas Negeri Padang, sekaligus dapat memberikan kontribusi dalam mengoptimalkan penggunaan potensi sumber daya alam daerah

Sumatera Barat. Penelitian ini, diharapkan, juga akan memberikan kontribusi yang besar terhadap perkembangan ilmu pengetahuan karena sangat terbuka peluang untuk melakukan penelitian lanjutan dan mendalam (*advance*) terhadap material ini sesuai dengan kegunaan (aplikasi)nya yang luas di lapangan seperti sebagai material adsorben, katalis dan bahan penyangga produk industri.

## BAB IV

### METODE PENELITIAN

#### A. Penelitian Secara Umum.

Penelitian ini merupakan tahapan tahun ke-2 dari 4 tahun yang diusulkan dalam proposal awal. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang selama jangka waktu 1 tahun untuk tahun ke-2, yang dihitung mulai dari diterimanya proposal ini. Objek penelitian ini adalah tanah napa, yang berasal dari daerah Sumatera Barat (Gambar 4.1). Secara umum, tahapan penelitian tahun ke-2 seperti pada Gambar 4.2 dan 4.3 dan Bagan Alir Penelitian pada Gambar 4.5. (Lampiran 1)

Tahapan penelitian pada tahun ke-2 dilakukan dengan urutan sebagai berikut :

1. Melakukan pemurnian, kalsinasi dan aktivasi mineral;
2. Menentukan struktur mineral murni dan teraktivasi dan spesifikasi besaran fisika dan kimianya;
3. Mempelajari karakteristik sifat adsorpsi masing-masing mineral tanah napa *fresh* (belum murni) dan mineral murni terhadap kation logam berat dalam larutan simulasi yang dikontak dengan *sistem kontinu* akibat dari parameter (variabel) laju alir, ukuran partikel, pemanasan adsorben, pH larutan dan konsentrasi adsorbat;
4. Menghitung besaran spesifik sifat mineral sebagai adsorben dengan Persamaan Adsorpsi Isoterm Langmuir sehingga diperoleh data konstanta keseimbangan (afinitas serapan), kapasitas serapan maksimum, dan energi aktivasi ( $E_a$ ) adsorpsi;

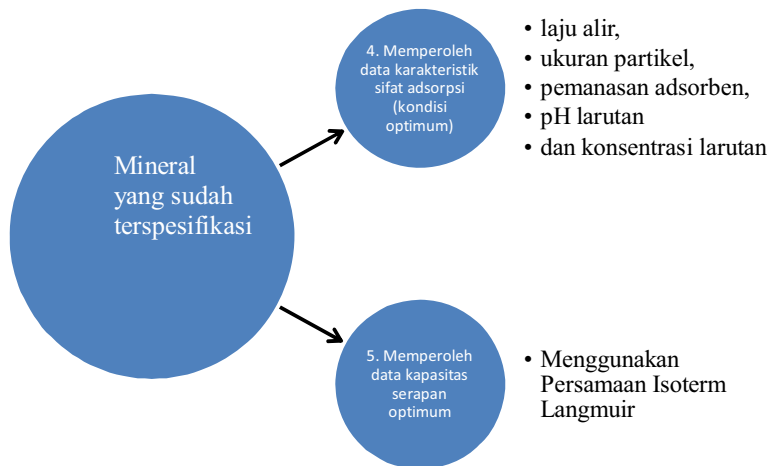


**Gambar 4.1** Material Tanah Napa





**Gambar 4.2** Langkah menentukan spesifikasi mineral



**Gambar 4.3** Langkah menentukan spesifikasi adsorpsi adsorben

**Metoda** yang dilakukan untuk mencapai tujuan penelitian adalah metoda eksperimen laboratorium yang melibatkan peralatan gelas, seperti kolom kerja, tabung refluks dan instrumen *Energy-Dispersive-X-Ray-Fluorescence analysis (ED-XRF)*, *X-ray diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Atomic Absorption Spectrometer (AAS)*. Semua peralatan dan intrumen yang dibutuhkan tersedia di laboratorium jurusan di lingkungan FMIPA UNP.

## **B. Perlakuan Material Tanah Napa**

### **1. Persiapan Sampel**

Sampel tanah napa dalam bentuk bongkahan digerus dengan menggunakan seperangkat alat penggerus berupa alu dan lumpang sampai sampel halus berupa bubuk. Selanjutnya sampel diayak menggunakan ayakan 100 mesh dan dipanaskan pada suhu 120<sup>0</sup>C selama 4 jam. Sehingga didapatkan stok sampel. Stok sampel digunakan untuk tahap selanjutnya

### **2. Aktivasi Fisika Tanah Napa**

Lima belas gram tanah napa yang telah dipreparasi sesuai dengan langkah 1 diatas dimasukkan ke dalam cawan porselin. Selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 400°C, 600°C dan 800°C selama 3 jam, tanah napa hasil kalsinasi didinginkan hingga temperatur ruangan (Sunardi, dkk. 2011). Sampel hasil aktivasi fisika dikarakterisasi dengan instrument XRF, FTIR, XRD dan SEM.

### **3. Aktivasi Kimia Tanah Napa**

Sebanyak 100 gram tanah napa yang telah dipreparasi dimasukkan ke dalam 1000 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 sampai 4 jam. Ditambahkan 100 mL hidrogen peroksida (sesuai dengan konsentrasi 10%, 20% dan 30%). Campuran diaduk selama 12 jam dan didiamkan sehingga tanah napa mengendap, lalu bagian atas didekantir. Pada endapan ditambahkan kembali 1000 mL akuades dan diaduk kembali selama 1 jam dengan tujuan untuk pencucian, didiamkan kembali dan didekantir. Perlakuan di atas diulang sampai pH air cucian sama dengan pH aquades dengan tujuan untuk menghilangkan sisa H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kemudian sampel disaring dan dikeringkan (Sunardi, dkk, 2012). Sampel hasil aktivasi kimia dikarakterisasi dengan instrument XRF, FTIR, XRD dan SEM.

### **4. Aktivasi Kimia Fisika Tanah Napa**

Lima belas gram tanah napa yang telah diaktivasi secara kimia yaitu dengan cara direaksikan dengan hidrogen peroksida berbagai konsentrasi (10%, 20% dan 30%) sesuai dengan langkah aktivasi kimia diatas dimasukkan ke dalam cawan porselin. Selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 400°C, 600°C dan 800°C selama 3 jam, tanah

napa hasil kalsinasi didinginkan hingga temperatur ruangan. Sampel hasil aktivasi kimia fisika dikarakterisasi dengan instrument XRF, FTIR, XRD dan SEM.

## **5. Proses pemurnian**

Proses Pemurnian dilakukan dengan proses refluks, dimana material bentuk bulk dimasukkan dalam labu refluks ditambah air demin dan dipanaskan sampai mendidih selama 3 x 6 jam. Kemudian zeolit dicuci hingga air cucuannya bening dan setelah itu zeolit dikeringkan dalam alat pengering pada suhu 105 °C. Selanjutnya material dicuci dan dikeringkan dalam alat pengering pada suhu 105 °C. Proses aktivasi dan modifikasi mineral secara kimia dalam serie 4 (empat) kolom pemisah dengan cara mengalirkan larutan KOH 1M . Aktivasi dan modifikasi secara kimia menggunakan mineral hasil pemurnia (reflux). Untuk proses aktivasi dan modifikasi digunakan larutan KOH 1M. Kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan SEM – EDS, untuk mengetahui apakah material tersebut telah termodifikasi.

## **6. Persiapan sampel untuk dikarakterisasi dengan XRF**

Persiapan sampel untuk dikarakterisasi dengan XRF, material ditimbang masing-masing sebesar 50 gr, kemudian dimasukkan ke dalam wadah sampel dan seterusnya dimasukkan ke dalam *chamber* XRF untuk divakum hingga tekanan 10-5 bar. Analisis komposisi dilakukan dengan kuat arus 100  $\mu$ A dan tegangan 14 kV dengan waktu cacah 300 detik. Setelah dilakukan analisis komposisi, dilakukan analisis luas permukaan dan jari-jari pori dengan alat *surface area meter* dengan berat sampel 100 gr yang dilanjutkan dengan karakterisasi termal.

## **7. Perlakuan Penelitian Karakterisasi Adsorpsi Tanah Napa sebagai Adsorben pada Sistem *Kontinu***

Pada kolom dipecking adsorben, dengan sistim kontak berupa *sistim kontinu*. Untuk masing-masing adsorben, data yang diharapkan antara lain optimasi parameter biosorpsi seperti laju alir, ukuran partikel, ukuran *packing*, pH dan konsentrasi larutan logam, regenerasi dan recovery kolom dengan pelarut asam, untuk masing-masing logam, data ujicoba pada sampel limbah (sampel riel) dalam skala laboratorium dan

penerapan masing-masing sistim untuk tujuan prekonsentrasi (pemekatan) logam dalam bentuk *trace element* dalam sampel limbah cair.

## **7.1 Prosedur Penelitian**

### **7.1.1 Pembuatan larutan**

#### **a. Larutan induk $Pb^{2+}$ 1000 ppm**

Sejumlah 1,598 gram  $Pb(NO_3)_2$  dilarutkan dalam larutan  $HNO_3$  1% dalam labu takar 1000 mL, kemudian volume dicukupkan sampai tanda batas.

#### **b. Larutan $HNO_3$ 1%**

Diencerkan 15,4 mL larutan  $HNO_3$  65% b/b dengan aquades sampai tanda batas dalam labu ukur 1000 mL.

### **7.1.2 Persiapan Adsorben dan Pengemasan Kolom**

Tanah napa dalam bentuk butiran dicuci dengan aquades, dikeringkan dengan oven, digiling dan diayak menggunakan ayakan dengan ukuran partikel tertentu. Disiapkan peralatan-peralatan gelas yang diperlukan diantaranya kolom kerja dengan perangkatnya. Pada kolom dipacking adsorben tanah napa yang dasarnya ditempatkan *glasswool* sebagai penyangga. Sebelum digunakan, kolom dijenuhkan dengan aquades dan siap dikontakkan dengan larutan logam dengan sistem kontinu.

### **7.1.3 Perlakuan Penelitian pada Sistem Kontinu**

Disiapkan peralatan-peralatan gelas yang diperlukan diantaranya kolom kerja dengan perangkatnya (Gambar 4.4). Pada kolom dipacking adsorben tanah napa yang siap dikontak dengan larutan logam dengan sistem kontak dengan sistem kontinu. Data yang diharapkan antara lain data adsorpsi maksimum hasil optimasi parameter yang diteliti seperti laju alir, ukuran partikel, pH dan konsentrasi larutan logam.



**Gambar 4.4** Model Kolom yang digunakan pada sistem kontinu

#### **7.1.4 Perlakuan Optimasi Parameter Adsorpsi Pada Sistem kontinu**

##### **7.1.4.1 Pengaruh pH Awal Larutan**

Disiapkan 25 mL larutan Pb(II) 250 mg/L dengan pH 2, 3, 4, 5, dan 6. Larutan dielusikan ke dalam kolom yang telah dipacking dengan adsorben sebanyak 0,5 g berukuran partikel 850-835  $\mu\text{m}$  pada suhu 27°C dengan laju alir 20 tetes/menit. Penentuan jumlah logam yang terserap dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutanPb(II) sebelum dan setelah dielusi ke dalam kolom.

##### **7.1.4.2 Pengaruh Konsentrasi Awal Larutan**

Disiapkan larutan logam Pb(II) dengan konsentrasi 50, 100, 150, 200, 250 dan 300mg/L dengan pH optimum. Larutan dielusikan ke dalam kolom yang telah dipacking dengan adsorben sebanyak 0,5 g berukuran partikel 850-835  $\mu\text{m}$  pada suhu 27° C dengan laju alir 20 tetes/menit. Penentuan jumlah logam yang terserap dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutanPb(II) sebelum dan setelah dielusi ke dalam kolom.

#### **7.1.4.3 Pengaruh Pemanasan Adsorben**

Disiapkan 6 kolom yang masing-masing dipacking dengan adsorben tanah napa sebanyak 0,5 g dengan ukuran partikel 850-835 $\mu\text{m}$  yang telah dipanaskan (dalam oven) dengan suhu pemanasan bervariasi (dipanaskan selama 2 jam masing-masing pada suhu normal (27°C, 50 °C, 75°C, 100 °C, 125 °C, 150°C). Masing-masing kolom dikontak dengan 25 mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan pH, dan konsentrasi optimum dengan laju alir 20 tetes/menit. Penentuan jumlah logam yang terserap dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutan  $\text{Pb}(\text{II})$  sebelum dan setelah dielusi ke dalam kolom.

#### **7.1.4.4 Pengaruh Ukuran Partikel**

Kolom dipacking dengan adsorben tanah napa pada pemanasan optimum dengan ukuran partikel 1700-850, 850-835, dan 835-350  $\mu\text{m}$  kemudian masing-masing dikontak dengan 25 mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan pH, dan konsentrasi optimum dengan laju alir 20 tetes/menit. Penentuan jumlah logam yang terserap dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutan  $\text{Pb}(\text{II})$  sebelum dan setelah dielusi ke dalam kolom.

#### **7.1.4.5 Pengaruh Laju Alir**

Disiapkan 25 mL larutan  $\text{Pb}(\text{II})$  konsentrasi optimum dengan pH optimum. Larutan dielusikan ke dalam kolom yang telah dipacking dengan adsorben berukuran partikel optimum pada suhu pemanasan adsorben yg optimum dengan laju alir 20, 30,40, 50 dan 60 tetes/menit. Penentuan jumlah logam yang terserap dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutan  $\text{Pb}(\text{II})$  sebelum dan setelah dielusi ke dalam kolom.

#### **7.1.4.6 Regenerasi kolom**

Untuk meregenerasi kolom dan mendesorpsi atau memperoleh kembali (*recovery*) masing-masing logam yang teradsorpsi dalam kolom, maka ke dalam kolom tersebut dilewatkan 10 mL larutan  $\text{HNO}_3$  sebagai pelarut dengan variasi konsentrasi 0,05 M, 0,1 M, 0,5 M. Eluen yang diperoleh ditentukan konsentrasinya seperti prosedur 5.

#### 7.1.4.7 Aplikasi pada Sample Limbah dan Faktor Pemekatan

Satu L sampel limbah yang mengandung masing-masing kation logam dengan konsentrasi tertentu, dilewatkan melalui kolom yang dikemas dengan adsorben terimobilisasi, kemudian kolom tersebut dielusi satu kali elusi dengan 10 mL larutan asam nitrat dengan konsentrasi optimum. Eluen yang keluar ditentukan konsentrasi logamnya dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), untuk mengukur konsentrasi logam awal dan konsentrasi logam yang terdesorpsi.

#### 7.1.4.8 Teknik Analisa Data

Jumlah serapan maksimum adsorben ditentukan dengan persamaan Adsorpsi Isoterm Langmuir, yang dapat ditulis dalam bentuk persamaan linier (Ocsik, 1982), yaitu :

$$\frac{c}{a} = \frac{1}{a_m k} + \frac{1}{a_m} c.$$

dimana :  $a$  adalah miligram logam yang terserap per gram biomaterial kering;  $k$  adalah konstanta keseimbangan (konstanta afinitas serapan);  $c$  adalah konsentrasi ion bebas saat seimbang (mg/L);  $a_m$  adalah miligram logam terserap pada keadaan jenuh (kapasitas serapan maksimum), biasa juga ditulis dengan notasi  $b$ . Identifikasi gugus fungsi dilakukan dengan metoda spektrofotometri yang sesuai seperti FTIR, sedang penentuan konsentrasi gugus fungsi dalam adsorben dilakukan dengan metoda spektrofotometri dan metoda titrasi yang sesuai. Proses biosorpsi juga diidentifikasi dengan data SEM.

**Recovery(R)** adalah nilai yang memperlihatkan berapa bagian jumlah mutlak unsur runtu yang terdapat dalam konsentrat, yang dinyatakan dengan :

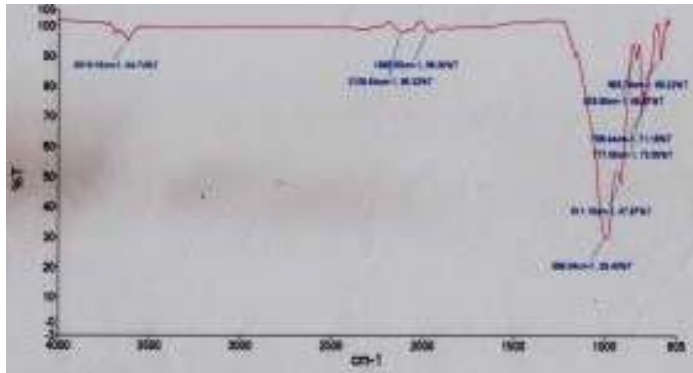
$$R (\%) = \frac{q_c}{q_s} \times 100$$

Dimana  $q_c$  dan  $q_s$ , masing-masing jumlah unsur runtu dalam konsentrat dan dalam sampel (Zolotov, 1990)

## BAB V HASIL YANG TELAH DICAPAI

### A. Pengaruh Aktivasi Terhadap Struktur Tanah Napa

Data spektra FT-IR dari tanah napa yang berasal dari Kec. Situjuh Limo Nagari Kab. 50 Kota, sebelum aktivasi dapat dilihat pada Gambar 5.1.



**Gambar 5.1** Karakterisasi Spetra FT-IR Tanah Napa

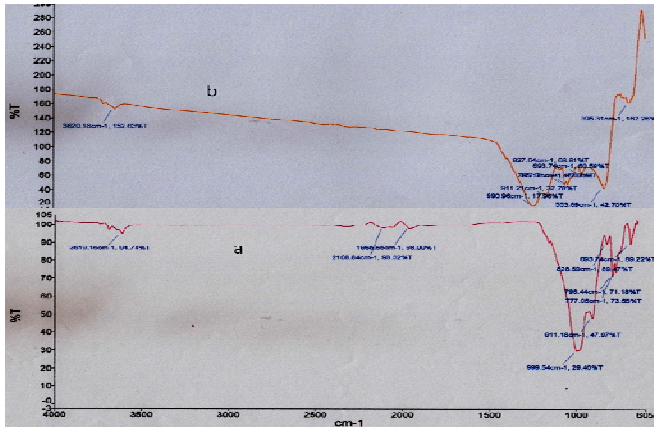
Pada **Gambar 5.1** terlihat puncak serapan pada daerah  $3619.16 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan hasil vibrasi ulur  $\text{-OH}$  yang memiliki perbedaan lingkungan yaitu  $\text{-OH}$  yang terikat pada atom Al oktahedral pada permukaan atau pada antar lapis silikat (Sunardi, dkk, 2011). Pita serapan tajam yang muncul pada daerah  $693.74 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur Si-O dan puncak serapan pada daerah  $911.18 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur Al---O-H. Selain itu, puncak serapan pada daerah  $828.59 \text{ cm}^{-1}$  dan  $999.54 \text{ cm}^{-1}$  berturut-turut adalah regangan simetris dan asimetris dari O-Si-O atau O-Al-O. Gugus O-Si-O atau O-Al-O tersebut menunjukkan sebagian dari susunan kerangka zeolit (Heraldly, 2003). Dari data puncak-puncak serapan tersebut dinyatakan bahwa sampel tanah napa merupakan mineral yang memiliki gugus fungsional  $\text{-OH}$  dan M-O (dimana M = Si atau Al). Hal ini menunjukkan bahwa tanah napa tergolong aluminasilika kelompok zeolit alam.



## 1. Aktivasi Tanah Napa Menggunakan Hidrogen Peroksida ( $H_2O_2$ )

Pada penelitian ini dilakukan aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida dengan konsentrasi (10%, 20% dan 30%). Hal ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik dan anorganik yang menutupi pori-pori serta untuk meningkatkan kemampuan daya serapnya.

### a. Aktivasi Tanah Napa Menggunakan Hidrogen Peroksida ( $H_2O_2$ ) 10 %



**Gambar 5.2.** Spektra FT-IR (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi.

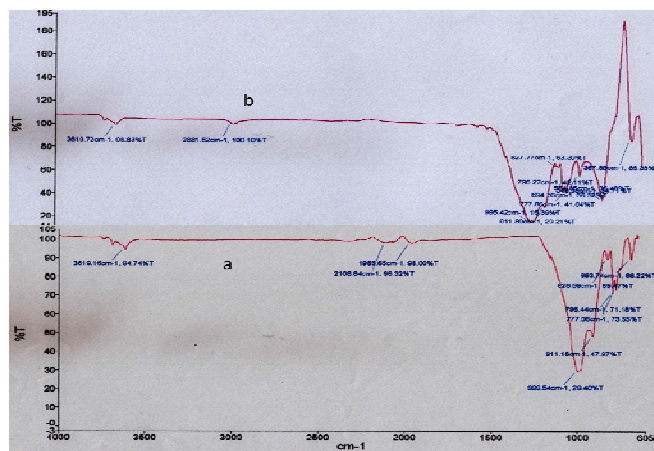
Dari Gambar 5.2 dapat dilihat serapan spektra FT-IR dari tanah napa sebelum dan sesudah aktivasi. Sedikit perbedaan terjadi pada serapan  $3600\text{ cm}^{-1}$  dan disekitar  $1000\text{ cm}^{-1}$ , serapan pada daerah  $3600\text{ cm}^{-1}$  terjadi pergeseran ke arah bilangan gelombang yang rendah yaitu, pada tanah napa sebelum aktivasi diperoleh serapan puncak pada daerah  $3619.16\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan tanah napa hasil aktivasi diperoleh serapan pada daerah  $3620.18\text{ cm}^{-1}$ , hal ini menunjukkan vibrasi ulur  $-OH$ . Pergeseran puncak serapan ke arah bilangan gelombang yang tinggi menunjukkan semakin homogennya lingkungan mineral aluminasilika dan berkurangnya pengotor yang ada.

Pada spektra FT-IR dari tanah napa hasil aktivasi juga diperoleh serapan puncak yang sama dengan spektra tanah napa sebelum aktivasi yaitu, pita serapan puncak tajam pada daerah  $693.74\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur Si-O dan serapan pada daerah

911.74  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur Al---O-H. Berdasarkan data spektra FT-IR yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 10 % tidak mempengaruhi serapan spektra FT-IR sebelum aktivasi.

#### b. Aktivasi Tanah Napa Menggunakan Hidrogen Peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 20 %

Gambar 5.3 menunjukkan spektra FT-IR dari tanah napa sebelum dan sesudah aktivasi menggunakan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 20 %. Adanya perubahan pada daerah 3600-4000  $\text{cm}^{-1}$ , munculnya serapan puncak pada tanah napa hasil aktivasi pada daerah 3694.71  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur -OH (Al---O-H). Pada spektra FT-IR tanah napa hasil aktivasi juga muncul serapan puncak tajam pada daerah 548.97  $\text{cm}^{-1}$  dan 554.86  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi Si-O-Al, sedangkan pada spektra FT-IR tanah napa sebelum aktivasi tidak muncul puncak serapan pada daerah 500  $\text{cm}^{-1}$ . Terdapat perbedaan pada daerah 700-500  $\text{cm}^{-1}$ , dimana terjadi pergeseran puncak serapan ke arah bilangan gelombang yang tinggi, hal ini menunjukkan bahwa semakin homogenya lingkungan mineral aluminasilika.

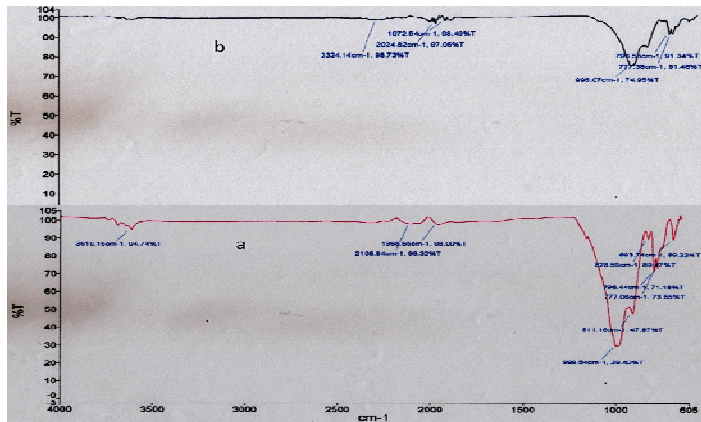


Gambar 5.3 Spektra FT-IR. (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi.

Semakin tinggi tingkat kehomogenan lingkungan mineral aluminasilika maka semakin luas permukaan mineral aluminasilika yang diperoleh, sehingga pemanfaatannya relatif meningkat (Rosdiana, 2006). Berdasarkan data spektra FT-IR yang diperoleh disimpulkan bahwa aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 20 %

dapat meningkatkan kehomogenan dan luas permukaan tanah napa, sehingga pemanfaatannya relatif meningkat.

### c. Aktivasi Tanah Napa Menggunakan Hidrogen Peroksida ( $H_2O_2$ ) 30 %



**Gambar 5.4** Spektra FT-IR. (a). Tanah napa sebelum aktivasi. (b). Tanah napa setelah aktivasi.

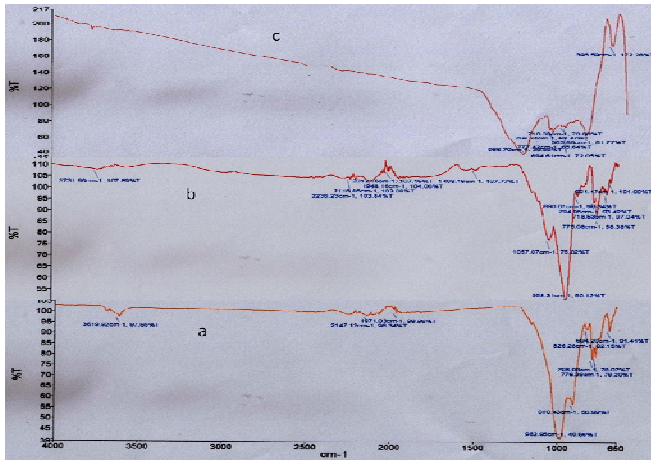
Dapat dilihat dari Gambar 5.4 terlihat perbedaan spektra FT-IR tanah napa sebelum dan sesudah aktivasi menggunakan hidrogen peroksida 30 %. Puncak serapan pada daerah  $3600-4000\text{ cm}^{-1}$  tidak ditemukan pada spektra FT-IR tanah napa hasil aktivasi, dan pita serapan pada daerah  $693.74\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur Si-O juga tidak ditemukan. Hilangnya puncak serapan khas dari aluminasilika menunjukkan bahwa hidrogen peroksida 30% bukan pengaktivasi tanah napa yang baik untuk meningkatkan kehomogenan dan luas permukaan dari tanah napa.

## B. Pengaruh Kalsinasi Terhadap Struktur Tanah Napa

Pada penelitian ini dilakukan kalsinasi tanah napa sebelum dan setelah aktivasi pada suhu  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam. Kalsinasi merupakan pemanasan pada temperatur tertentu untuk menghilangkan komposisi tertentu serta menghilangkan molekul air (dehidroksilasi) (Sunardi, dkk, 2011). Hal ini bertujuan untuk meningkatkan kristalinitas dari tanah napa, agar pemanfaatannya relatif meningkat.

## 1. Kalsinasi Tanah Napa Sebelum Aktivasi

Berdasarkan serapan spektra FT-IR dari tanah napa sebelum kalsinasi pada Gambar 5.5, terlihat puncak serapan pada daerah  $3619.16\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan hasil vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dan puncak serapan tajam yang muncul pada daerah  $693.74\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur  $\text{Si-O}$ , serta puncak serapan pada bilangan gelombang  $911.18\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur  $\text{Al-O-H}$ . Selain itu, puncak serapan pada daerah  $828.59\text{ cm}^{-1}$  dan  $999.54\text{ cm}^{-1}$  berturut-turut adalah regangan simetris dan asimetris dari  $\text{O-Si-O}$  atau  $\text{O-Al-O}$ .



**Gambar 5.5.** Spektra FT-IR dari kalsinasi sebelum aktivasi. (a).Kalsinasi  $400^{\circ}\text{C}$ . (b). Kalsinasi  $600^{\circ}\text{C}$ . (c). Kalsinasi  $800^{\circ}\text{C}$

Berdasarkan serapan spektra FT-IR dari tanah napa sebelum kalsinasi pada Gambar 5.5, terlihat puncak serapan pada daerah  $3619.16\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan hasil vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dan puncak serapan tajam yang muncul pada daerah  $693.74\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur  $\text{Si-O}$ , serta puncak serapan pada bilangan gelombang  $911.18\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur  $\text{Al-O-H}$ . Selain itu, puncak serapan pada daerah  $828.59\text{ cm}^{-1}$  dan  $999.54\text{ cm}^{-1}$  berturut-turut adalah regangan simetris dan asimetris dari  $\text{O-Si-O}$  atau  $\text{O-Al-O}$ .

Pada Gambar 5.5 terlihat serapan spektra FT-IR tanah napa setelah kalsinasi pada suhu  $400^{\circ}\text{C}$ ,  $600^{\circ}\text{C}$  dan  $800^{\circ}\text{C}$ . Gambar 5.5 (a) menunjukkan serapan spektra FT-IR dari tanah napa hasil kalsinasi pada suhu  $400^{\circ}\text{C}$ , puncak-puncak khas dari aluminasilika

pada tanah napa sebelum kalsinasi juga ditemukan pada spektra tanah napa hasil kalsinasi, hanya sedikit perubahan yang terjadi pada daerah  $1000-650\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya perbedaan lingkungan kedua sampel, serapan pada daerah  $1000-650\text{ cm}^{-1}$  terjadi sedikit pergeseran puncak serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi dari tanah napa hasil kalsinasi dibanding tanah napa tanpa kalsinasi.

Gambar 5.5 (b) menunjukkan spektra FT-IR dari tanah napa hasil kalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$ . Puncak serapan pada bilangan gelombang  $911.18\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Al---O-H tidak ditemukan pada spektra tanah napa hasil kalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$ , hal ini menunjukkan terjadinya proses dealuminasi dan dealkalinasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation ( $M^{n+}$ ) dalam kerangka menjadi Al dan kation-kation non kerangka. Terjadinya proses dealuminasi akan menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya logam pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Dengan bertambahnya luas permukaan tersebut maka akan mengakibatkan proses penyerapan yang terjadi semakin besar (Herald, 2003).

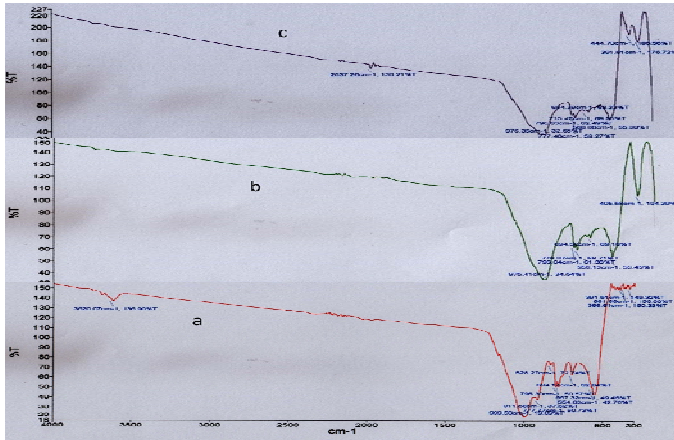
Dari gambar 5.5(c) juga dapat dilihat puncak-puncak serapan dari tanah napa hasil kalsinasi  $800^\circ\text{C}$ , puncak serapan khas aluminasilika tidak ditemukan pada spektra tanah napa setelah kalsinasi. Berdasarkan gambar c terlihat perubahan yang signifikan pada puncak-puncak khas aluminasilika, dimana beberapa puncak yang ada pada spektra tanah napa sebelum kalsinasi hilang pada spektra setelah kalsinasi. Hilangnya puncak serapan gugus -OH pada daerah  $4000-3000\text{ cm}^{-1}$  disebabkan oleh dehidroksilasi akibat pemanasan yang tinggi. Terjadi pelebaran puncak serapan pada daerah  $694.61\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi Si-O dibanding spektra tanah napa sebelum kalsinasi. Pelebaran puncak juga disebabkan oleh terjadinya perubahan struktur akibat pemanasan yang lebih tinggi.

## 2. Kalsinasi Tanah Napa Hasil Aktivasi

Pada penelitian ini akan dilakukan kalsinasi tanah napa hasil aktivasi, aktivasi ini dinamakan aktivasi kimia fisika, dimana tanah napa hasil aktivasi kimia menggunakan pelarut asam dilanjutkan aktivasi fisika dengan pemanasan pada suhu tertentu. Perlakuan ini disebut juga aktivasi kimia fisika dimana kedua metode untuk mengaktivasi mineral aluminasilika digabungkan

**a. Kalsinasi tanah napa hasil aktivasi hidrogen peroksida 10 %**

Gambar 5.6 memperlihatkan puncak serapan spektra FT-IR dari kalsinas tanah napa hasil aktivasi pada suhu 400 °C , 600 °C dan 800 °C. Gambar 5.6 (a) merupakan puncak serapan kalsinasi tanah napa hasil aktivasi pada suhu 400 °C, Puncak-puncak serapan pada tanah napa hasil aktivasi juga ditemukan pada puncak serapan setelah kaslinasi. Pada pita serapan 694.17 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur Si-O, setelah kalsinasi lebih tajam dibanding sebelum kalsinasi. Pada spektra setelah kalsinasi muncul puncak serapan 567.32 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi Si-O-Al, sedangkan pada puncak serapan sebelum kalsinasi tidak ditemukan.



**Gambar 5.6** Spektra FT-IR kalsinasi tanah napa. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C. (c). Kalsinasi 800°C

Gambar 5.6 (b), menunjukkan puncak serapan tanah napa setelah kalsinasi suhu 600 °C. Dari gambar dapat dilihat bahwa terjadi perbedaan yang signifikan, dimana puncak serapan pada bilangan gelombang 4000-3000 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur – OH tidak ditemukan, hilangnya puncak serapan disebabkan oleh pemanasan yang mengakibatkan terjadinya proses dehidroksilasi. Puncak serapan pada bilangan gelombang 911.13 cm<sup>-1</sup> adalah vibrasi ulur Al---O-H juga tidak ditemukan , hal ini

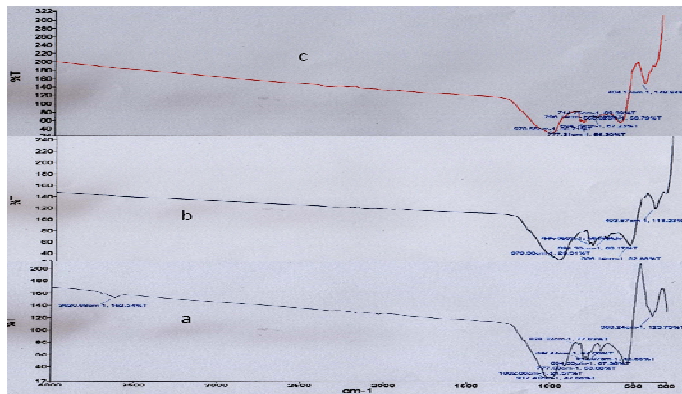
terjadi proses dealuminasi yang dapat meningkatkan kristalinitas dan bertambahnya luas permukaan dari tanah napa, sehingga pemanfaatannya relatif meningkat.

Pada Gambar 5.6 (c) dapat dilihat puncak serapan spektra FT-IR dari tanah napa setelah kalsinasi pada suhu 800 °C, ditemukan puncak serapan pada bilangan gelombang 444.70 dan 391.52  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi bengkokan Si-O atau Al-O pada tanah napa setelah kalsinasi dan terjadi pelebaran puncak serapan pada daerah 777.52  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi simetris Si-O-Si. Pelebaran puncak serapan terjadi akibat pemanasan yang terlalu tinggi, sehingga mengakibatkan perubahan struktur dari mineral aluminasilika.

Berdasarkan data spektra FT-IR diatas dapat disimpulkan bahwa aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida 10% dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 600°C merupakan kondisi optimum yang baik untuk aktivasi kimia fisika dari tanah napa.

#### b. Kalsinasi tanah napa hasil aktivasi hidrogen peroksida 20 %

Gambar 5.7 menunjukkan spektra puncak serapan FT-IR dari kalsinasi tanah napa hasil aktivasi menggunakan hidrogen peroksida 20 %.



**Gambar 5.7** Spektra FT-IR. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C. (c). Kalsinasi 800°C

Gambar 5.7 (a) memperlihatkan puncak serapan dari tanah napa setelah kalsinasi pada suhu 400 °C, dari gambar dapat dilihat bahwa puncak-puncak khas aluminasilika

pada tanah napa sebelum kalsinasi juga muncul pada tanah napa setelah kalsinasi. Sedikit perbedaan terdapat pada puncak serapan daerah  $828.66\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya regangan asimetris O-Si-O atau O-Al-O, dimana puncak serapan setelah kalsinasi lebih tajam dibanding sebelum kalsinasi, hal ini menunjukkan bahwa tanah napa setelah kalsinasi komposisi lingkungan aluminasilikanya lebih homogen.

Pada tanah napa hasil kalsinasi suhu  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 5.7b), tidak ditemukan puncak serapan di daerah bilangan gelombang  $4000-000\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur – OH, begitu juga pada tanah napa setelah kalsinasi  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Gambar 5.7c). Kalsinasi pada suhu  $600$  dan  $800^{\circ}\text{C}$  mengakibatkan terjadinya proses dealuminasi pada tanah napa hasil akitivasi menggunakan hidrogen peroksida  $20\%$ . Tapi, puncak serapan pada daerah  $600-500\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi Si-O-Al dari tanah napa hasil kalsinasi suhu  $400^{\circ}$  dan  $600^{\circ}\text{C}$ , lebih tajam dibanding tanah napa hasil kalsinasi  $800^{\circ}\text{C}$ , sedangkan pada tanah napa sebelum kalsinasi diperoleh dua puncak serapan tajam. Hal ini menunjukkan telah terjadi perubahan struktur dari aluminasilika yang terkandung dalam tanah napa akibat pemanasan yang lebih tinggi. Berdasarkan data spektra FT-IR diatas dapat disimpulkan bahwa aktivasi kimia fisika tanah napa menggunakan hidrogen peroksida  $20\%$  diperoleh suhu kalsinasi optimum antara  $400-600^{\circ}\text{C}$ .

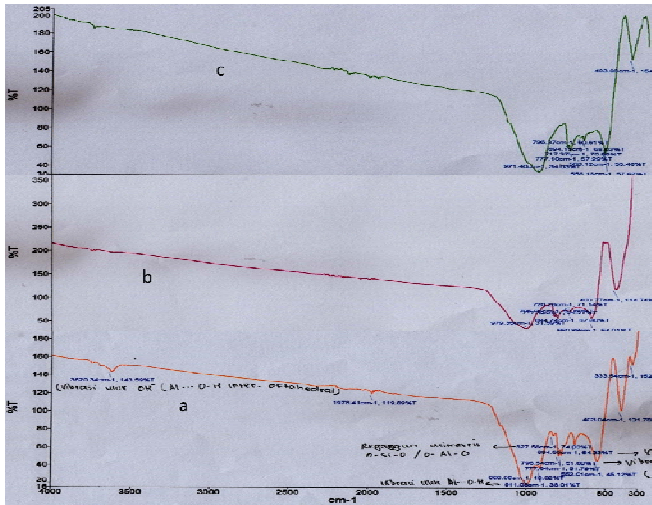
### **c. Kalsinasi tanah napa hasil aktivasi hidrogen peroksida $30\%$**

Gambar 5.8 memperlihatkan puncak serapan spektra FT-IR dari kalsinasi tanah napa hasil aktivasi menggunakan hidrogen peroksida  $30\%$ . Dari gambar a dapat dilihat bahwasanya puncak-puncak khas dari aluminasilika pada tanah napa hasil aktivasi sebelum kalsinasi juga ditemukan pada spektra tanah napa setelah kalsinasi. Pada tanah napa hasil kalsinasi munculnya puncak serapan daerah  $694.55\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur Si-O, sedangkan sebelum kalsinasi tidak ditemukan. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang lebih tinggi, sehingga vibrasi simetris Si-O-Si dan O-Al-O pada tanah napa sebelum kalsinasi strukturnya berubah menjadi ikatan Si-O dan Al-O, karena tidak cukup kuatnya ikatan Si-O dan Al-O. (Sunardi, 2011).

Pada Gambar 5.8(a) dapat dilihat bahwa puncak-puncak khas dari aluminasilika pada tanah napa hasil aktivasi sebelum kalsinasi juga ditemukan pada spektra tanah napa setelah kalsinasi. Pada tanah napa hasil kalsinasi munculnya puncak serapan daerah  $694.55\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur Si-O, sedangkan sebelum kalsinasi



tidak ditemukan. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang lebih tinggi, sehingga vibrasi simetris Si-O-Si dan O-Al-O pada tanah napa sebelum kalsinasi strukturnya berubah menjadi ikatan Si-O dan Al-O, karena tidak cukup kuatnya ikatan Si-O dan Al-O. (Sunardi, 2011).



**Gambar 5.8** Spektra FT-IR. (a). Kalsinasi 400°C. (b). Kalsinasi 600°C. (c). Kalsinasi 800°C

Gambar 5.8 (b) menunjukkan puncak serapan spektra dari tanah napa setelah hasil kalsinasi pada suhu 600°C, dari gambar b terlihat bahwasanya puncak serapan pada bilangan gelombang 911.08  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur Al---O-H tidak ditemukan begitu juga pada tanah napa hasil kalsinasi 800°C (Gambar 5.8c). Pada tanah napa hasil kalsinasi 600°C terjadi pelebaran puncak pada pita 979.35  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi asimetris O-Si-O atau O-Al-O, namun pada tanah napa hasil kalsinasi 800°C, muncul puncak serapan tajam. hal ini menunjukkan telah terjadi perubahan struktur dari aluminasilika.

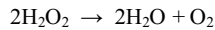
Berdasarkan data spektra FT-IR pada Gambar 5.8 dapat disimpulkan bahwa aktivasi kimia fisika menggunakan hidrogen peroksida 30% dan kalsinasi pada suhu

400°C, 600°C dan 800°C menunjukkan terjadinya kerusakan struktur dari aluminasilika yang terkandung dalam tanah napa.

### C. Pengaruh Aktivasi Terhadap Komposisi Tanah Napa

Prinsip aktivasi secara kimia adalah dengan penambahan pereaksi tertentu sehingga didapatkan pori-pori zeolit yang bersih (aktif). Pereaksi yang biasa digunakan untuk aktivasi secara kimia dapat bersifat asam ataupun basa. Asam-asam yang biasa digunakan adalah asam klorida, asam sulfat, asam posfat dll, sedangkan larutan yang bersifat basa yang biasa digunakan adalah natrium hidroksida dan kalium hidroksida.

Pada penelitian ini, untuk aktivasi kimia terhadap tanah napa yang tergolong mineral aluminasilika kelompok zeolit alam dilakukan aktivasi dengan menggunakan pereaksi yang bersifat asam. Pereaksi yang bersifat asam digunakan karena pereaksi asam ini dapat mendealuminasi zeolit. Pereaksi yang bersifat asam yang digunakan adalah hidrogen peroksida, karena hidrogen peroksida adalah senyawa asam lemah yang merupakan oksidator kuat dan bersifat ramah lingkungan. Hidrogen peroksida dapat terurai secara spontan menjadi air dan oksigen sesuai dengan persamaan reaksi

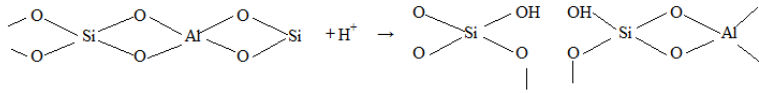


Pada penelitian ini dilihat pengaruh konsentrasi hidrogen peroksida yang digunakan terhadap komposisi kimia tanah napa yang dihasilkan. Konsentrasi hidrogen peroksida yang digunakan yaitu 10%, 20% dan 30%. Pengaruh konsentrasi hidrogen peroksida terhadap komposisi kimia tanah napa yang dikarakterisasi dengan menggunakan XRF memperlihatkan data seperti terangkum dalam Tabel 5.1.

Dari data diatas dapat dilihat bahwa terjadi perbedaan komposisi kimia sebelum dan setelah diaktivasi. Setelah diaktivasi dengan hidrogen peroksida terjadi penurunan kadar alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Alumina sebelum aktivasi adalah 23.313 % dan setelah aktivasi menurun menjadi 19.37 %. Perbandingan Si/Al sampel sebelum diaktivasi adalah 3.01 meningkat dengan dilakukannya aktivasi dengan hidrogen peroksida 10%, 20% dan 30% berturut-turut menjadi 3.63, 3.84 dan 3.75.

Aktivasi dengan menggunakan asam dapat menyebabkan peningkatan perbandingan Si/Al karena terjadi dealuminasi dan dekationisasi. Dealuminasi adalah suatu teknik modifikasi zeolit melalui pengurangan aluminium di kerangka maupun dipermukaan zeolit. Dealuminasi dapat terjadi karena  $\text{H}^+$  pada asam akan memicu

terjadinya pelepasan aluminium dari zeolit. Sesuai dengan mekanisme reaksi berikut ini (Weitkamp, J. and Puppe, L, 1999)



**Tabel 5.1** Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida pada Berbagai Konsentrasi

Senyawa	Komposisi Tanah Napa (% berat)			
	Tanpa Aktivasi	Diaktivasi		
		H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 10%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 20%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23.313	20.218	19.37	19.77
SiO <sub>2</sub>	70.067	73.306	74.458	74.277
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.316	0.322	0.306	0.312
K <sub>2</sub> O	4.295	4.027	3.891	3.786
TiO <sub>2</sub>	0.525	0.561	0.576	0.552
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.02	0.018	0.017	0.016
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.009	0.008	0.008	0.007
MnO	0.002	0	0	0.001
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.335	1.415	1.254	1.184
NiO	0.001	0.001	0.001	0.001
ZnO	0.001	0.001	0.001	0.001

Pada dealuminasi, ion H<sup>+</sup> yang dihasilkan dari reaksi penguraian senyawa asam dalam air akan mengurai ikatan atom Al yang berada pada *framework* zeolit. Ion H<sup>+</sup> ini akan diserang oleh atom oksigen yang terikat pada Si dan Al. Berdasarkan harga energi disosiasi ikatan Al-O (116 kkal/mol) jauh lebih rendah dibandingkan energi disosiasi ikatan Si-O (190 kkal/mol), maka ikatan Al-O jauh lebih mudah terurai dibandingkan Si-O. Sehingga ion H<sup>+</sup> akan cenderung menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan Al-O dan akan terbentuk gugus silanol. Dari perbandingan Si/Al dan dari data pada Tabel 5.1 dapat dilihat bahwa dealuminasi paling banyak terjadi dengan cara aktivasi

menggunakan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 20%, yaitu perbandingan Si/Al nya menjadi 3.84.

#### D. Pengaruh Kalsinasi Terhadap Komposisi Tanah Napa

Kalsinasi merupakan pemanasan pada temperatur tertentu untuk menghilangkan komposisi tertentu dan molekul air (dehidroksilasi), yang bertujuan untuk meningkatkan kristalinitas dari tanah napa, agar pemanfaatannya relatif meningkat. Kalsinasi merupakan aktivasi fisika terhadap tanah napa yang tergolong mineral aluminasilika dengan kalsinasi pada temperatur 400°C, 600°C dan 800°C. Dengan demikian perlu dipelajari pengaruh temperatur kalsinasi terhadap komposisi kimia tanah napa tersebut. Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap komposisi kimia tanah napa dikarakterisasi dengan menggunakan XRF diperoleh data seperti terangkum dalam Tabel 5.2.

**Tabel 5.2** Komposisi Kimia Tanah Napa yang Dikalsinasi pada Berbagai Temperatur

Senyawa	Komposisi Tanah Napa (% berat)			
	Tanpa Dikalsinasi	Dikalsinasi		
		400°C	600°C	800°C
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23.313	22.655	21.944	22.565
SiO <sub>2</sub>	70.067	70.243	70.454	70.219
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.316	0.325	0.292	0.301
K <sub>2</sub> O	4.295	4.625	4.969	4.716
TiO <sub>2</sub>	0.525	0.572	0.623	0.584
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.02	0.022	0.024	0.022
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.009	0.009	0.01	0.01
MnO	0.002	0	0	0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.335	1.453	1.59	1.491
NiO	0.001	0.001	-	-
ZnO	0.001	0.001	0.001	0.001

Dari data diatas dapat dilihat bahwa terjadi sedikit perbedaan komposisi kimia setelah dan sebelum diaktivasi secara fisika. Setelah diaktivasi secara fisika dengan kalsinasi terjadi penurunan kadar alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan peningkatan kadar silika (SiO<sub>2</sub>). Persen berat alumina sebelum dikalsinasi adalah 23.313%, dan setelah dikalsinasi pada

temperatur 400°C, 600°C, dan 800°C berkurang menjadi 22.655%, 21.944% dan 22.565%. Sedangkan persen berat silika mengalami peningkatan, ini disebabkan karena adanya persen berat senyawa-senyawa lain yang berkurang atau hilang. Berdasarkan data dalam Tabel 5.2 dapat dihitung bahwa perbandingan Si/Al sampel sebelum diaktivasi adalah 3.01 meningkat dengan dilakukannya aktivasi dengan kalsinasi pada temperatur 400°C, 600°C dan 800°C masing-masing 3.10, 3.21 dan 3.11. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa perbandingan Si/Al paling tinggi terjadi pada kalsinasi dengan temperatur 600°C, yaitu perbandingan Si/Al meningkat dari 3.01 menjadi 3.21.

Sedangkan kehilangan molekul air dari tanah napa tidak dapat dilihat dengan menggunakan data yang dianalisa dengan menggunakan XRF. Akan tetapi dapat dilihat dari perbandingan massa sebelum dan setelah diaktivasi secara fisika seperti yang ditampilkan dalam Tabel 5.3.

**Tabel 5.3.** Massa Tanah Napa Sebelum dan Setelah Diaktivasi Fisika

Massa Temperatur	Massa Sebelum Aktivasi	Massa Setelah Aktivasi	Massa yang hilang selama aktivasi	% kehilangan massa
400°C	15.1466 gram	14.8341 gram	0.3125 gram	2.06 %
600°C	15.0416 gram	14.3442 gram	0.6974 gram	4.64 %
800 °C	15.1123 gram	14.3521 gram	0.7602 gram	5.03 %

Dari data dalam Tabel 5.3 terlihat terjadinya penurunan massa sampel setelah dilakukan aktivasi fisika dengan cara kalsinasi. Dari tabel dapat kita lihat pada temperatur kalsinasi 400 °C, 600°C dan 800°C terjadi kehilangan massa berturut-turut 2.06%, 4.64% dan 5.03%. Kehilangan massa ini menunjukkan terjadinya kehilangan senyawa dalam tanah napa tersebut selama proses aktivasi fisika berlangsung. Senyawa yang hilang tersebut dapat berupa molekul air karena pada temperatur tersebut air akan menguap dari pori-pori zeolit ataupun berupa senyawa-senyawa lainnya. Senyawa-senyawa lainnya yang berkurang adalah Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO dan NiO. Kehilangan massa terbanyak terjadi pada temperatur kalsinasi 800°C yaitu sebanyak 5.03%, ini disebabkan

semakin tinggi temperatur maka semakin banyak senyawa yang tidak stabil dan akhirnya terlepas.

#### E. Aktivasi Kimia Fisika Tanah Napa

Aktivasi kimia fisika adalah satu jenis aktivasi dimana kedua metode untuk mengaktivasi mineral aluminasilika digabungkan. Pada aktivasi kimia fisika ini, tanah napa yang telah diaktivasi secara kimia dengan menggunakan hidrogen peroksida juga diaktivasi secara fisika dengan pemanasan (kalsinasi). Tujuan aktivasi kimia fisika ini adalah untuk mengetahui pengaruh aktivasi kimia fisika terhadap terhadap komposisi kimia tanah napa.

Pengaruh aktivasi kimia fisika terhadap komposisi kimia tanah napa seperti terangkum dalam Tabel 5.4. Terlihat bahwa aktivasi kimia fisika dengan kalsinasi 400°C berpengaruh terhadap komposisi kimia tanah napa.

**Tabel 5.4.** Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida dan Dikalsinasi 400°C

Senyawa	Komposisi Tanah Napa (% berat)			
	Tanpa Aktivasi kimia dan dikalsinasi 400°C	ktivasi Kimia		
		H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 10%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 20%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22.655	20.067	18.799	19.774
SiO <sub>2</sub>	70.243	73.316	74.607	73.252
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.325	0.341	0.311	0.34
K <sub>2</sub> O	4.625	4.125	4.182	4.329
TiO <sub>2</sub>	0.572	0.573	0.624	0.601
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.022	0.019	0.019	0.02
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.009	0.008	0.008	0.009
MnO	0	0	0.001	0.005
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.453	1.459	1.353	1.539
NiO	0.001	-	0.001	0
ZnO	0.001	0.001	0.001	0.001

Berdasarkan data dalam Tabel 5.4. terlihat bahwa pada kalsinasi pada temperatur 400°C penurunan kadar alumina yang paling banyak terdapat pada aktivasi dengan konsentrasi hidrogen peroksida 20%. Ini sesuai dengan yang terjadi pada saat aktivasi secara kimia. Pada aktivasi kimia, konsentrasi optimum untuk dealuminasi juga terjadi pada konsentrasi 20%. Dari data yang telah disajikan pada tabel 8 diatas dapat kita lihat ketika hanya dengan aktivasi kimia saja kadar alumina adalah 19.37%, sedangkan setelah aktivasi secara kimia fisika pada temperatur 400°C terjadi penurunan menjadi 18.799%. Selanjutnya juga akan dilihat data apabila kondisi optimum kedua aktivasi kimia dan aktivasi fisika diatas digabungkan, yaitu pada konsentrasi hidrogen peroksida 20% dan temperatur kalsinasi 600°C. Hasil analisa komposisi kimianya dapat dilihat pada Tabel 5.5.

**Tabel 5.5.** Komposisi Kimia Tanah Napa Diaktivasi dengan Hidrogen Peroksida dan Dikalsinasi 600°C

Senyawa	Komposisi Tanah Napa (% berat)			
	Tanpa Aktivasi dan dikalsinasi 600°C	Diaktivasi Kimia		
		H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 10%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 20%	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21.944	20.526	18.63	19.572
SiO <sub>2</sub>	70.454	72.836	74.293	74.361
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.292	0.342	0.373	0.334
K <sub>2</sub> O	4.969	4.144	4.48	3.866
TiO <sub>2</sub>	0.623	0.57	0.664	0.564
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.024	0.018	0.02	0.016
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.01	0.009	0.009	0.008
MnO	0	0	0.001	0.001
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.59	1.458	1.457	1.203
NiO	-	0.001	-	0.001
ZnO	0.001	0.001	0.001	0.001

Berdasarkan data dalam Tabel 5.5. terlihat bahwa pada konsentrasi 20% dan temperatur kalsinasi 600°C terjadi penurunanan kadar alumina yang paling tinggi, yaitu pada awalnya (sampel awal) kadar aluminanya adalah 23.313% menurun

menjadi 18.63%. Perbandingan Si/Al yang awalnya 3.01 naik menjadi 3.99. Sehingga disini dapat dikatakan bahwa aktivasi yang paling efektif untuk tanah napa yaitu aktivasi kimia fisika pada konsentrasi hidrogen peroksida 20% dan temperatur kalsinasi 600°C.

#### **F. Mempelajari Karakterisasi Adsorpsi Tanah Napa**

Tanah Napa merupakan kelompok mineral aluminasilikat, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data awal juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina**, **zeolit** dan **kuarsa**. Pada tahap ini dipelajari faktor-faktor yang secara teoritis mempengaruhi sifat adsorpsi tanah napa terhadap kation dalam larutan. Penentuan kondisi optimum adsorpsi dilakukan pada penelitian karena setiap adsorben memiliki sifat yang berbeda dalam proses adsorpsi, sehingga kondisi yang dibutuhkan juga berbeda. Selain itu, penentuan kondisi optimum juga dapat dilakukan agar saat aplikasi terhadap limbah industri, adsorben dapat mengadsorpsi logam berat dengan optimal, sehingga dapat diperoleh hasil yang baik.

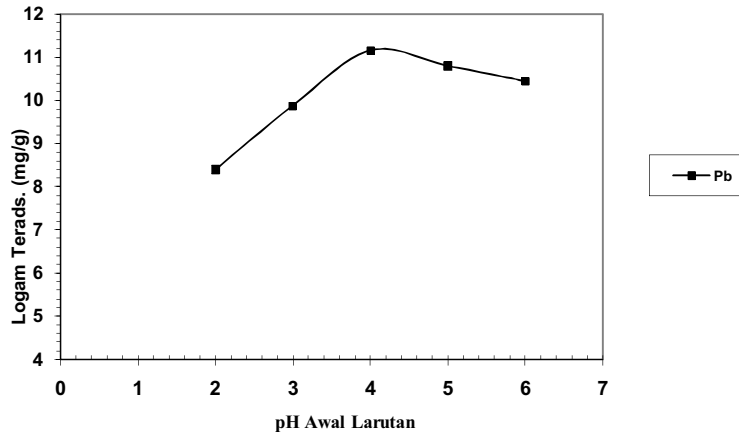
##### **4.1. Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb<sup>2+</sup>**

Pengaruh pH awal larutan kation Pb<sup>2+</sup> terhadap serapan adsorben tanah napa disajikan pada gambar 5.9 dan data lengkap terdapat pada Lampiran 2. Dari data yang diperoleh terlihat bahwa adsorpsi serapan kation Pb<sup>2+</sup> secara berarti dipengaruhi oleh pH awal larutan. Efisiensi biosorpsi kation logam meningkat dengan tajam pada kisaran pH antara 2,0 dan 3,0 kemudian optimum pada pH 4,0, dengan kapasitas serapan sebesar 11,146 mg/g adsorben. Menurut Inglezakis *et al.* (2007), penurunan adsorpsi Pb(II) ini mencerminkan penurunan jumlah muatan negatif pada permukaan tanah napa yang diasumsikan sebagai zeolit yang di tinjau dari kemiripan komponennya. Pada pH rendah, silika pada zeolit menarik ion positif dari adsorbat. Jumlah muatan negatif pada permukaan adsorben menurun dengan meningkatnya pH. Hal ini menyebabkan penurunan adsorpsi Pb<sup>2+</sup> dalam larutan pada pH tinggi.

Pada pH 2 kapasitas adsorpsi sangat rendah karena pada pH tersebut kondisi larutan analit terlalu asam dengan jumlah proton (H<sup>+</sup>) dalam larutan yang sangat banyak menyebabkan ligan lebih dominan mengikat proton (H<sup>+</sup>) dibandingkan



Pb<sup>2+</sup> kapasitas adsorpsi optimum pada pH 4 karena pada kondisi pH yang asam tersebut Pb(II) berada dalam bentuk ion bebasnya dalam jumlah yang banyak, sehingga banyak ion Pb<sup>2+</sup> yang terjebak pada permukaan adsorben (Soendoro, 1992).



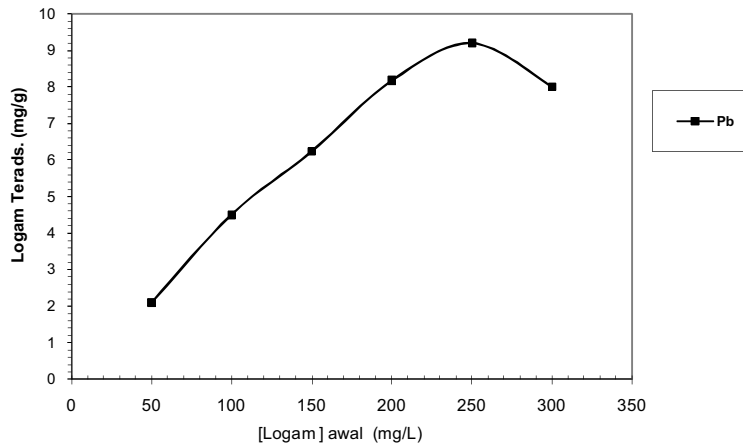
**Gambar 5.9** Pengaruh pH Awal Larutan Ion Pb<sup>2+</sup> Terhadap Serapan Tanah Napa (1,0 g adsorben / 25 mL larutan 250 ppm, waktu kontak 60 menit)

Berdasarkan Gambar 5.9 dapat dilihat bahwa kapasitas adsorpsi terbesar berada pada pH larutan 4, yaitu 11,146 mg/g Pada pH 5 kapasitas adsorpsi cukup banyak mengalami penurunan dan semakin menurun pada pH yang lebih tinggi. Hal ini diperkirakan karena pembentukan kompleks antara ion Pb<sup>2+</sup> dengan adsorben menjadi terganggu oleh ion OH<sup>-</sup> yang semakin banyak di dalam larutan dengan meningkatnya pH. Pada pH tinggi ion logam akan lebih dominan bereaksi dengan ion OH<sup>-</sup> sedangkan yang bereaksi dengan ligan menjadi berkurang. Pada pH tertentu ion logam akan membentuk hidroksidanya dan mengendap (Soendoro, 1992).

#### 4.2. Pengaruh Konsentrasi Awal Larutan terhadap Adsorpsi Pb<sup>2+</sup>

Hasil penelitian pengaruh konsentrasi awal larutan kation logam Pb<sup>2+</sup> terhadap daya serap adsorben tanah napa ditampilkan pada Gambar 5.10, sedangkan data lengkap terdapat dalam Lampiran 3.

Dari data yang diperoleh terlihat bahwa jumlah kation  $Pb^{2+}$  terserap meningkat relatif tajam dengan bertambahnya konsentrasi awal larutan yang dikontakkan dengan adsorben. Adsorpsi maksimum terjadi pada konsentrasi sekitar 250 mg/L, dengan kapasitas serapan 9,195 mg/g adsorben. Saat konsentrasi awal diperbesar nilai kapasitas adsorpsi cenderung turun karena permukaan tanah napa yang diasumsikan sebagai zeolit berdasarkan komponennya yang memiliki kemiripan telah jenuh akibat kontak antara tanah napa sebagai adsorben dan larutan  $Pb^{2+}$  sebagai adsorbat telah mengalami kesetimbangan.



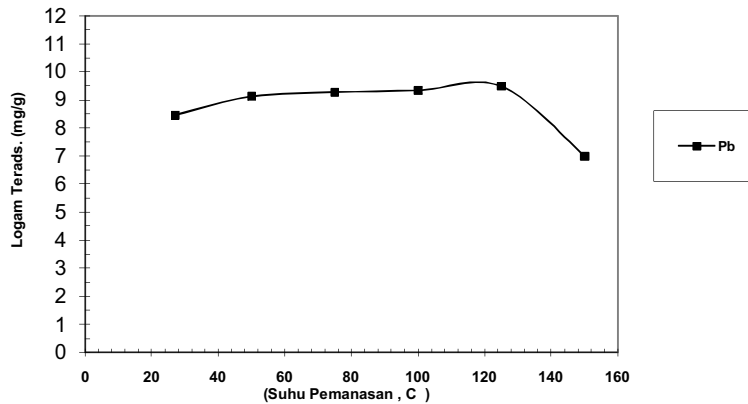
**Gambar 5.10** Pengaruh Konsentrasi Awal Larutan Logam  $Pb^{2+}$  Terhadap Daya Serap Tanah Napa (1,0 g adsorben / 25 mL larutan  $Pb^{2+}$ ; pH = 4)

Pada konsentrasi ion logam di atas konsentrasi optimum, jumlah ion logam yang teradsorpsi mengalami penurunan menjadi 7,901 mg/g. Hal ini kemungkinan pada konsentrasi lebih tinggi terjadi kompetisi kation untuk menempati pusat aktif pada adsorben menyebabkan adanya ion logam yang telah terikat menjadi terlepas kembali karena reaksi bergeser ke arah reaktan.

#### 4.3. Pengaruh Suhu Pemanasan Adsorben terhadap Adsorpsi Kation $Pb^{2+}$ oleh Tanah Napa

Pengaruh pemanasan adsorben terhadap daya serap tanah napa seperti terlihat pada gambar 5.11. dan data lengkapnya terdapat dalam Lampiran 4.

Tanah napa memiliki kandungan utama yaitu silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dan oksida-oksida logam lainnya, selain itu dimungkinkan juga mengandung zat-zat organik dengan kadar rendah. Pada umumnya zeolit alam masih mengandung pengotor-pengotor organik dan anorganik yang menutupi porinya, sehingga untuk meningkatkan kemampuan daya serap zeolit alam harus dilakukan aktivasi terlebih dahulu (Rini dan Anthonius, 2010).

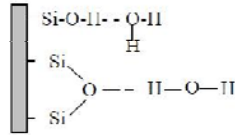


**Gambar 5.11** Pengaruh pemanasan adsorben tanah napa terhadap kapasitas adsorpsi logam  $\text{Pb}^{2+}$  (1,0 g adsorben / 25 mL larutan  $\text{Pb}^{2+}$  250 ppm; pH = 4)

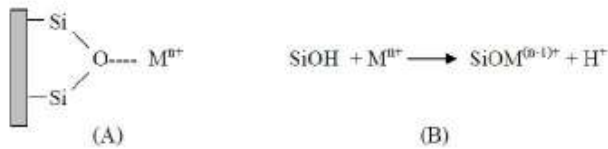
Hasil penelitian ini menunjukkan adanya pengaruh pemanasan adsorben Tanah napa terhadap adsorpsi  $\text{Pb}^{2+}$ . Persen adsorpsi meningkat dengan kenaikan suhu pemanasan adsorben, penyerapan  $\text{Pb}^{2+}$  oleh adsorben tanah napa mengalami peningkatan kapasitas adsorpsi pada suhu pemanasan  $50^\circ\text{C}$  yaitu 9,119 mg/g, setelah pemanasan  $50^\circ\text{C}$ , kapasitas adsorpsi mengalami peningkatan yang tidak terlalu signifikan hingga pemanasan  $125^\circ\text{C}$  yaitu 9,480 mg/g, namun pada pemanasan  $150^\circ\text{C}$ , kapasitas adsorpsi turun menjadi 6,967 mg/g.

Tanahnapa memiliki kemiripan kandungan kimia dengan zeolit, maka

selanjutnya tanah ini diasumsikan sebagai zeolit dalam rangka pengkajian sifat-sifat yang dibahas dalam penelitian ini. Menurut Kirk Othmer (1998) dalam Rini, (2010) zeolit alam bila dipanaskan lebih dari temperatur maksimalnya maka akan merusak struktur zeolit itu sendiri.



**Gambar 5.12.** Ikatan hidrogen air dengan gugus siloksan dan silanol



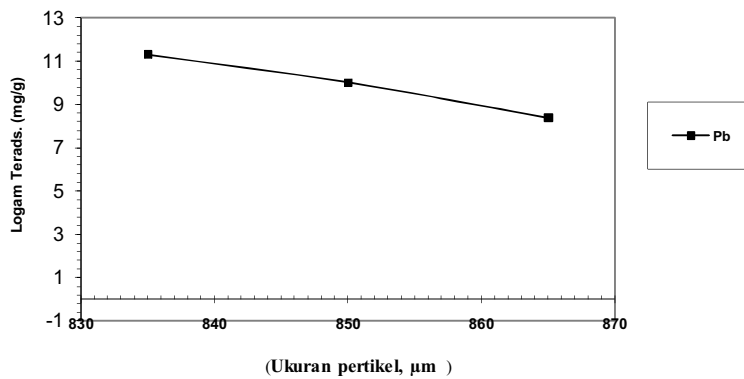
**Gambar 5.13** A) Ikatan gugus siloksan dengan ion logam  
B) Gugus silanol dengan ion logam

Dengan rusaknya struktur zeolit akan mengakibatkan berkurangnya ruang-ruang hampa di dalam kristal udara di dalam zeolit dan akhirnya akan mengurangi daya adsorpsi zeolit. Peningkatan kapasitas adsorpsi dengan menaikkan suhu pemanasan dapat dijelaskan, karena telah terputusnya ikatan hidrogen antara air dengan gugus silanol (Si-OH) atau antara air dengan gugus siloksan (Si-O-Si) dalam zeolit, sehingga kandungan airnya menjadi lebih sedikit, hilangnya molekul air dari permukaan silika menyebabkan luas permukaan silica dan volume pori menjadi lebih besar sehingga proses adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia menjadi lebih efektif dan efisien. Menurut Iller (1991) dalam Sriyanti (2003), ikatan hidrogen antara air dengan gugus silanol dan siloksan ditunjukkan pada Gambar 5.12, sedangkan ikatan antara ion logam dengan gugus siloksan dan silanol ditunjukkan seperti pada Gambar 5.13.

#### 4.4. Pengaruh Ukuran Partikel Adsorben terhadap Adsorpsi $Pb^{2+}$ oleh Tanah Napa

Pengaruh ukuran partikel adsorben terhadap adsorpsi logam oleh tanah napa seperti pada Gambar 5.14 dan data lengkapnya dalam Lampiran 5. Adsorpsi secara umum terjadi pada semua permukaan, namun besarnya ditentukan oleh luas permukaan adsorben yang kontak dengan adsorbat. Luas permukaan adsorben akan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Adsorpsi adsorpsi sebanding merupakan suatu kejadian permukaan sehingga besarnya dengan luas permukaan spesifik, makin banyak permukaan yang mengalami kontak dengan adsorbat maka akan makin besar pula adsorpsi yang terjadi. (Oscik,1991, 128-129).

Luas permukaan adsorben dapat dilakukan dengan memvariasikan ukuran partikel adsorben, dalam penelitian ini ukuran partikel yang 1700-850 $\mu m$ , 850-835  $\mu m$  dan 835-350 $\mu m$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa kapasitas serapan pada adsorben dengan ukuran partikel 1700-850  $\mu m$  adalah 8,355 mg/g, sedangkan pada ukuran partikel 835-350 $\mu m$  adalah 11,323 mg/g.

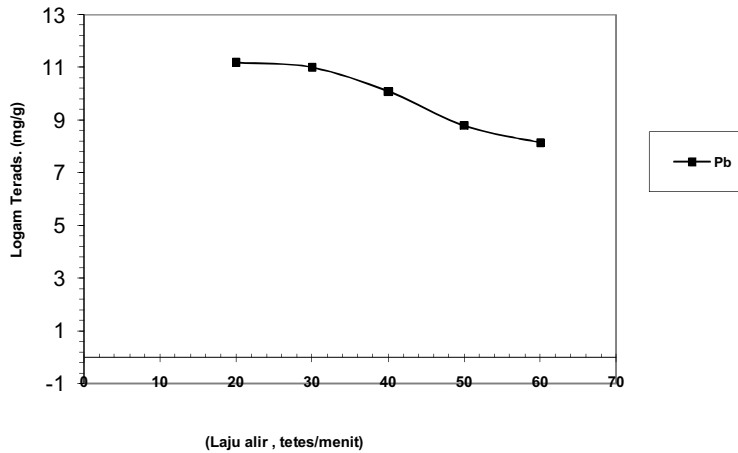


**Gambar 5.14** Pengaruh ukuran partikel adsorben tanah napa terhadap kapasitas adsorpsi logam  $Pb^{2+}$  (1,0 g adsorben / 25 mL larutan  $Pb^{2+}$  250 ppm; pH = 4)

#### 4.5 Pengaruh Laju Alir Adsorpsi Terhadap Adsorpsi Logam $Pb^{2+}$ oleh Adsorben Tanah Napa

Data persentase  $Pb^{2+}$  yang teradsorpsi oleh adsorben tanah napa pada berbagai

laju alir disajikan pada Gambar 5.15, sedangkan data secara lengkap disajikan pada Lampiran 6



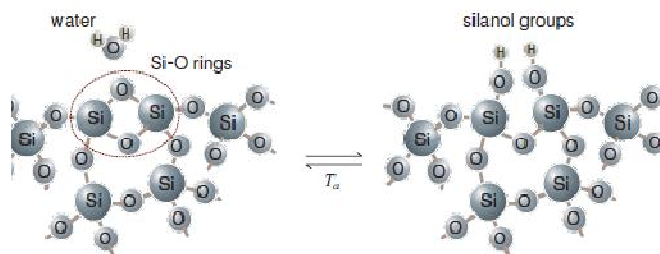
**Gambar 5.15** Pengaruh laju alir adsorpsi terhadap kapasitas adsorpsi logam  $Pb^{2+}$  oleh adsorben tanah napa ((1,0 g adsorben / 25 mL larutan  $Pb^{2+}$  250 ppm; pH = 4)

hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin lambat laju alir (20 tetes/menit) maka semakin banyak  $Pb^{2+}$  yang terserap karena waktu kontak antara adsorben dengan adsorbat semakin lama sehingga proses adsorpsi berlangsung semakin baik. Perubahan serapan tanah napa terhadap  $Pb(II)$  pada beberapa variasi laju alir terlihat sangat jelas. Pada laju alir 20 tetes/menit kapasitas serapannya adalah 11,213 mg/g, pada laju alir 30 tetes/menit adalah 11,020 mg/g, sedangkan pada laju alir 40, 50, dan 60 tetes/menit masing-masing adalah 10,108 mg/g, 8,805 mg/g, dan 8,170 mg/g. Pada laju alir eluen yang berlangsung cepat (60 tetes/menit), ion  $Pb^{2+}$  yang terserap jauh lebih sedikit dibandingkan pada laju alir 20 tetes/menit. Hal ini dikarenakan waktu kontak antara ion  $Pb^{2+}$  dengan adsorben dalam kolom tidak cukup lama untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi, sehingga larutan ion  $Pb^{2+}$  meninggalkan kolom sebelum kesetimbangan terjadi (Setiaka, 2011). Pengaruh laju alir terhadap adsorpsi adsorbat larutan  $Pb^{2+}$  dengan adsorben tanah napa sesuai dengan

teori, semakin lama waktu kontak antara adsorben dengan adsorbat maka semakin banyak adsorbat yang terserap.

#### 4.6. Mekanisme adsorpsi logam $Pb^{2+}$ pada adsorben tanah napa

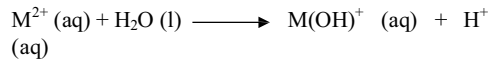
Penelitian Sihalo (2012). menyebutkan bahwa di dalam tanah napa terkandung beberapa komponen dalam bentuk oksida yang relatif besar. Bentuk oksida ini antara lain  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $CaO$  dan  $Fe_2O_3$ . Komponen yang terbesar yaitu  $SiO_2$  sebanyak 63.20 %,  $Al_2O_3$  sebanyak 16.55%,  $Fe_2O_3$  sebanyak 7.64% dan  $CaO$  sebanyak 3.34 % (Sihalo, 2012). Berdasarkan data yang diperoleh maka tanah napa dapat dimungkinkan sebagai salah satu jenis zeolit alam karena memiliki kemiripan komponen. Permukaan silika ( $SiO^{2+}$ ) mempunyai afinitas yang tinggi terhadap ion logam. Ion pusat silika ( $Si^{4+}$ ) mempunyai afinitas yang kuat terhadap electron (mudah menangkap elektron). Atom oksigen yang berikatan dengan ion silika yang mempunyai sifat keasaman yang rendah dan membuat permukaan silika bersifat asam lemah. Atom oksigen pada permukaan silika bebas bereaksi dengan air membentuk grup silanol  $Si(OH)$ . Bentuk oksida yang lain juga bebas bereaksi dengan air membentuk hidroksida (Mohan, 2009). Seperti  $Al(OH)_3$ ,  $Fe(OH)_3$  dan  $Ca(OH)_2$ . Ion  $H^+$  pada bentuk hidroksida akan melemah dan mudah lepas dan mengakibatkan ion logam akan terikat dan teradsorpsi secara kuat (Sook Shim et al, 2003).



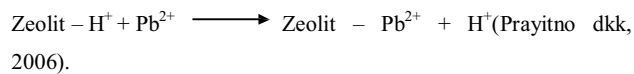
**Gambar 5.16.** Struktur dan reaksi pebentukan silanol dari cincin siloksan (Basu, 2011)

Adanya muatan negatif dari pelepasan atom  $H^+$  dari  $Si(OH)$  akan menimbulkan interaksi antara logam yang bermuatan positif dengan situs aktif pada permukaan adsorben yang bermuatan negatif. Pada saat yang sama, ligan permukaan

akan berkompetisi dengan OH<sup>-</sup> dalam mengikat kation logam, sehingga akan mengakibatkan terjadinya peningkatan adsorpsi logam oleh tanah napa. Kondisi pH berpengaruh pada spesies logam dalam larutan. Ion-ion logam dalam larutan sebelum teradsorpsi oleh adsorben terlebih dulu mengalami hidrolisis, menghasilkan proton dan kompleks hidroksida logam seperti reaksi berikut :



Dimana M<sup>2+</sup> adalah Pb<sup>2+</sup> (Horsfall & Spiff, 2004 dalam Komari, 2012) Pada proses penyerapan menggunakan zeolit, maka ion Pb<sup>2+</sup> yang ada dalam larutan akan terserap oleh pori permukaan zeolit dan bersubstitusi dengan kation H<sup>+</sup> yang ada pada permukaan zeolit, seperti dalam reaksi di bawah ini :



Pearson (1963) mengemukakan prinsip HSAB (*Hard and Soft Acid Bases*) dengan mengklasifikasikan asam basa Lewis menurut sifat keras dan lunaknya. Kation yang bersifat asam keras akan berinteraksi kuat dengan ligan yang bersifat basa keras. Sebaliknya kation yang bersifat asam lunak akan berinteraksi kuat dengan ligan yang bersifat basa lunak. Ion timbal adalah asam antara. Adapun gugus OH pada silanol dan aluminol termasuk asam keras. Pandangan lain menyatakan bahwa kation logam akan tertarik oleh partikel tanah diatom, karena adanya muatan negatif pada permukaan tanah (Buckan, 1983 dalam Sriyanti, 2003).

#### 4.7. Adsorpsi Isoterm Langmuir

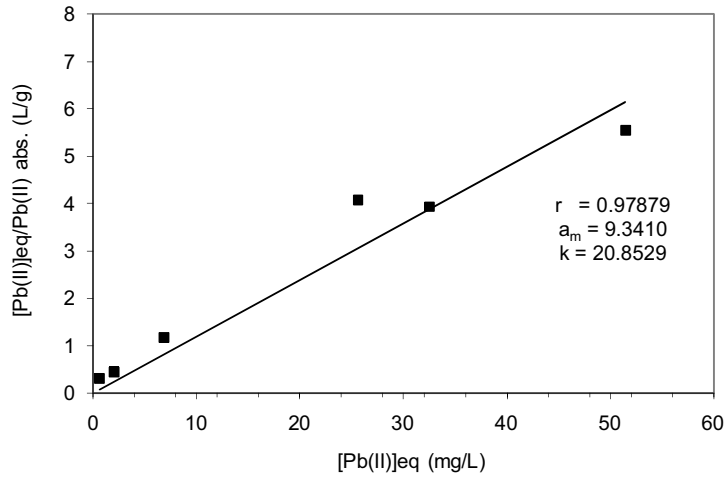
Menggunakan Persamaan *Adsorpsi Isoterm Langmuir*

$$\frac{c}{a} = \frac{1}{a_m k} + \frac{1}{a_m} c$$

dimana: *a* adalah miligram logam yang terserap per gram adsorben; *k* adalah konstanta afinitas serapan, *c* adalah konsentrasi ion bebas saat seimbang (mg/L) dan *a<sub>m</sub>* adalah miligram logam terserap pada keadaan jenuh atau kapasitas serapan maksimum (mg/g) maka bila *c/a* diplot terhadap *c* diperoleh kurva linier seperti terlihat pada Gambar 5.12



Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh memenuhi persamaan Adsorpsi Isoterm Langmuir, dan reaksi adsorpsi antara kation logam  $Pb^{2+}$  dengan adsorben tanah napa berorde satu, sehingga konstanta afinitas serapan ( $k$ ) dan kapasitas serapan maksimum ( $a_m$ ) dapat ditentukan dari *slope* dan *intersep*, sehingga diperoleh nilai  $r = 0.97879$ ,  $k = 20.8529$  dan  $a_m = 9.3410$



**Gambar 5.17.** Isoterm Langmuir adsorpsi Pb(II) oleh adsorben tanah napa

## BAB VI RENCANA TAHAP BERIKUTNYA

**Rencana penelitian lanjutan tahun ke-3** adalah melakukan pemurnian dan mengkarakterisasi mineral yang diperoleh; menentukan struktur mineral murni dan teraktivasi; memperoleh data spesifikasi besaran fisika dan kimia mineral; memperoleh data karakteristik mineral sebagai adsorben terhadap pengaruh masing-masing parameter (variabel) laju alir, ukuran partikel, pemanasan adsorben, pH larutan dan konsentrasi larutan ion logam dan molekul organik toksik; memperoleh data kapasitas serapan optimum masing-masing adsorben tanah napa terhadap masing-masing adsorbat (logam berat dan senyawa organik toksik), memperoleh data karakteristik sifat pertukaran ion dan kapasitas pertukaran ion (*cation exchange capacity*, CEC) tanah napa sebagai adsorben; Memperoleh data *recovery* kolom data regenerasi kolom menggunakan larutan asam atau basa tertentu. **Metoda** yang dilakukan untuk mencapai tujuan penelitian adalah metoda eksperimen laboratorium yang melibatkan peralatan gelas dan instrumen *Energy-Dispersive-X-Ray-Fluorescence analysis (ED-XRF)*, *X-ray diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Thermogravimetric Analyzer (TGA)* dan *Differential Thermal Analysis (DTA)* dan *Atomic Absorption Spectrometer (AAS)*. Semua peralatan dan instrumen yang dibutuhkan tersedia di laboratorium jurusan di lingkungan FMIPA Universitas Negeri Padang.

## BAB VII

### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sementara sebagai berikut :

1. Kondisi optimum suhu kalsinasi yang digunakan untuk aktivasi fisika tanah napa sebelum aktivasi kimia diperoleh pada suhu 600 °C, sedangkan konsentrasi optimum hidrogen peroksida yang digunakan adalah 20 %.
2. Aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida 10% dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 600°C merupakan kondisi optimum yang baik untuk aktivasi kimia fisika, Sedangkan pada hidrogen peroksida 30 % kalsinasi 400, 600 dan 800°C menunjukkan terjadinya kerusakan pada struktur mineral aluminasilika yang terkandung dalam tanah napa.
3. Aktivasi kimia yang dilakukan dengan penambahan pereaksi hidrogen peroksida yang dapat menyebabkan terjadinya perubahan komposisi kimia tanah napa yang dianalisa dengan menggunakan XRF dan dapat meningkatkan perbandingan Si/Al pada tanah napa
4. Aktivasi fisika yang dilakukan dengan cara kalsinasi pada temperatur 400°C, 600°C dan 800°C dapat menyebabkan terjadinya perubahan komposisi kimia tanah napa yang dianalisa dengan menggunakan XRF
5. Aktivasi kimia fisika juga dapat menyebabkan terjadinya perubahan komposisi kimia tanah napa yang dianalisa dengan menggunakan XRF
6. Aktivasi kimia fisika optimum dengan penambahan hidrogen peroksida 20% dan kalsinasi pada temperatur 600°C
7. Kondisi optimum Tanah Napa sebagai adsorben untuk logam Pb(II) adalah pada pH 4, konsentrasi larutan optimum 250 mg/L, ukuran partikel dan suhu pemanasan adsorben pada 830-350 nm dan 125 °C, serta laju alir optimum yaitu 20 tetes/menit. Konstanta afinitas serapan ( $k$ ) dan kapasitas serapan maksimum ( $a_m$ ) berturut-turut 20,8529 dan 9,34 mg/g.

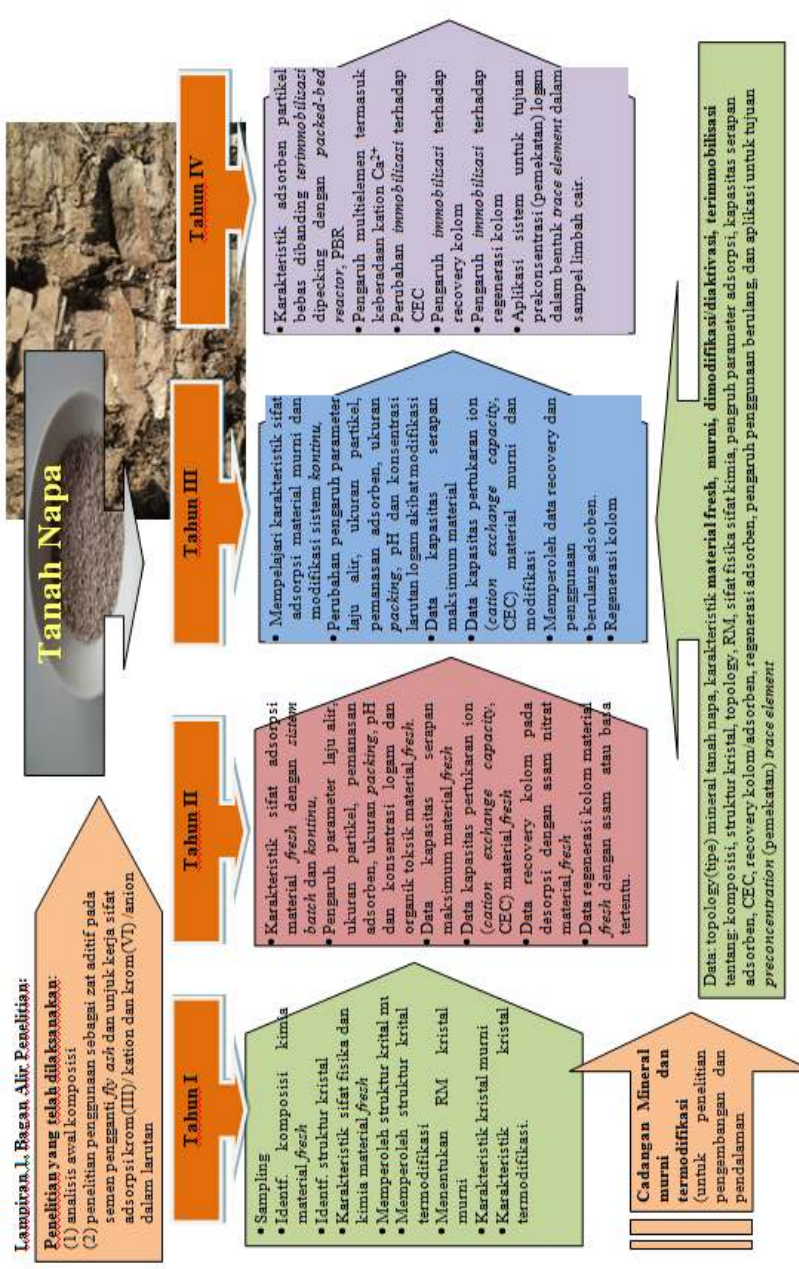
## DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*. Fifth edition. New York : John Wiley and Sons, Inc.
- Bardakci. B., Bahceli. S., 2010, FTIR Study of Modification of Transition Metal on Zeolites for Adsorption, *Indian Journal of Pure & Applied Physics*. Vol. 48, September 2010, pp. 615-620.
- Basu, Sukumar. 2011. *Crystalline Silicon - Properties and Uses*. University Campus STeP Ri: InTech Europe
- Bogdanov. B, Georgiev. D, Angelova. K, Hristov. Y, 2009, Synthetic Zeolites and Their Industrial and Environmental Applications: A Review, *International Science Conference*. 4<sup>th</sup> – 5<sup>th</sup> June 2009.
- Chiban. M, Zerbet. M, Carja. G, Sinan. F, 2012, Application of Low-Cost Adsorbents for Arsenic Removal: A Review, *Journal of Environmental Chemistry and Ecotoxicology*. Vol. 4 (5), pp. 91-102.
- Crist, R.H., Oberhonsel, K. dan McGarrity, J., 1992, Interaction of Metals and Protons with Algae. 3. Marine Algae, with Emphasis on Lead and Aluminium, *Environ. Sci Technol*, 26: 496-502.
- Dizadji. N., Vossoughi. S.S.S., Dehpouri. S., 2012, Experimental Investigation of Adsorption of Heavy Metals (Copper (II)) from Industrial Wastewater With Synthetic Zeolite (4A), *Chemical Engineering Transactions (CEt)*, Vol. 29, 2012.
- Fasaei. R.G., Haghghi. M.G., Mousavi. S.M., and Dehghan. M., 2012, Sorption Characteristics of Heavy Metals Onto Natural Zeolite of Clinoptilolite Type, *International Research Journal of Applied and Basic Science*. Vol. 3(10): 2079-2084.
- Feng. Y, Gong. J-L, Zeng. G-M, Niu Q-Y, Zhang H-Y, Niu C-G, Deng J-H, Yan. M., 2010, Adsorption of Cd(II) and Zn(II) from Aqueous Solutions Using Magnetic Hydroxyapatite Nanoparticles as Adsorbents, *Chemical Engineering Journal*. 162 (2010) 487-494.
- Georgiev. D, Bogdanov. B, Markovska. I, Hristov. Y, 2012, The Removal of Cu (II) Ions from Aqueous Solutions on Synthetic Zeolite NaA, *World Academy of Science, Engineering and Technology*. 59-2012.
- Ginting. A.B, Anggraini. D, Indaryati. S., Kriswarini. R., 2007, Karakterisasi Komposisi Kimia, Luas Permukaan Pori, dan Sifat Termal dari Zeolit Bayah, Tasikmalaya, dan Lampung, *J. Tek. Bhn. Nukl*. Vol. 3, No. 1, Januari 2007: 1-48.
- Grassi. M., Kaykioglu. G., Belgiorno. V., and Lofrano. G., 2012, Removal of Emerging Contaminants from Water and Wastewater by Adsorption Process, *SpringerBriefs in Green Chemistry for Sustainability*.
- Gravis Mining Corporation, 2012, Natural Zeolite “Clinoptilolite”, <http://www.zeoliteproducer.com/zeolite.html>
- Hani. H.A, El-Sayed. M.M.H, Mostofa. A.A., El-Defrawy. N.M, Sorour. M.H., 2012, Removal of Cr (III) in Batch and Pilot Scale Dynamic Systems Using Zeolite

- Inglezakis VJ, Stylianou MA, Gkantzou D, Loizidou MD. 2007. Removal of Pb(II) from aqueous solutions by using clinoptilolite and bentonite as adsorbents. *Desalination* 210 : 248–256.
- Ismail. M.H.S., Zhang. X.T, Adnan. S.N, 2012, Application of Clinoptilolite in Removal of Nickel (II) in Plating Wastewater, *World Applied Science Journal. IDOSI Publication*. 18 (5); 659-664, 2012.
- Jassim. A.N., Ali. D.F., Shamoan. I.H, Abood. W.M., Abbas. F.S., Yassin. A.T., 2012, Pb(II) Adsorption from Aqueous Solution Onto Activated Zeolite 5A, *Advances in Environmental Biology*, 6(3): 1245-1252, 2012.
- Kusumastuti. E., 2012, Pemanfaatan Abu Vulkanik Gunung Merapi sebagai Geopolimer (Suatu Polimer Anorganik Aluminosilikat), *Jurnal MIPA*. 35 (1) (2012).
- Mawardi, Sihalo, R. 2012. *Pengaruh Penggunaan Sumber Silika Alumina Terhadap Karakteristik Semen Yang Dihasilkan*. Laporan Penelitian. Padang: UNP.
- Mawardi, Desy K, 2012. *Karakteristik Tanah Napa Kabupaten Solok Sebagai Adsorben Logam Krom Dalam Limbah Cair*, Laporan Penelitian, Perpustakaan Universitas Negeri Padang.
- Mawardi, Desy K. dan Sanjaya, H., 2013. *Kajian Pemanfaatan Tanah Napa Sumatera Barat Sebagai Material Adsorben Logam Berat Dan Bahan Organik Toksik Dalam Larutan*. Laporan Penelitian Tahun ke1: Perpustakaan Universitas Negeri Padang
- Mostafa. A.A, Youssef. H.F, 2011, Utilization of Egyptian Kaolin for Zeolite-A Preparation and Performance Evaluation, *IPCBE*. Vol. 6 (2011).
- Ocsik J & Cooper IL. (1994). *Adsorption*. Ellis Horwood Publisher, Ltd. Chichester.
- Pearson RG. (1963). "Hard and soft acids and bases". *Journal of American Chemical Society*. Vol. 85. No. 22, 3533-3539.
- Ramelow, U. J., Neil Guidry, C. and Fisk, S. D., 1996, A Kinetics Study of Metal Ion Binding by Biomass Immobilized in Polymers, *Journal of Hazardous Materials*, 46, 37-55.
- Rosales,E, Pazos. M, Sanroman. M.A, Tavares. T, 2012, Application of Zeolite-Arthobacter Viscosus System for the Removal of Heavy Metal and Dye: Chromium and Azure B, *Desalination. J*, 284 (2012)150-156.
- Sunardi, Irawati, U. dan Wianto, T., 2011. "Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan Selatan Hasil Kalsinasi". *Jurnal fisika FLUX*. Vol. 8 No.1. 59-65
- Supardi, 2010, *Preparasi dan Modifikasi Zeolite Alam Sebagai Penyaring Limbah Cair Industri*. Laporan Akhir (Final Report). PTBIN-BATAN.
- Taenzana. B, 2011, Adsorption of Cadmium, Nickel, and Lead on Modified Natural Zeolite, *A Research Rreport*, University of the Witwatersrand.
- Tekmira, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara, 2013, *Pemanfaatan Mineral Al-Silikat Untuk Bahan Katalis Hydrocarbon Cracking Minyak Bumi*, Kementerian ESDM, Badan Litbang ESDM

- Utubira, Y, Wijaya,K, Triyono, and Eko Sugiharto, 2006, *Preparation And Characterization Of  $TiO_2$ -Zeolit And Its Application To Degrade Textille Wastewater By Photocatalytic Method*, Indo. J. Chem, 6 (3) 231-237
- Weitkamp, J, 2000, Zeolite and Catalysis, *Solid State Ionics*, 131 175-188
- Wustoni. S., Mukti. R.R., Wahyudi. A., Ismunandar, 2011, Sintesis Zeolit Mordenit dengan Batuan Benih Mineral Alam Indonesia, *Jurnal Matematika & Sains*, Vol. 16, No. 3.
- Yuxian. Wang, 2011, Adsorption of Analcime and ZSM-5 on Metals, *Thesis*, Central Ostrobothnia University of Applied Science, Degree Programme in Chemistry and Technology.
- Zheng. H, Han. L, Hongwen. M, Zheng. Y, Zhang. H, Liu. D, and Liang. S, 2008, Adsorption Characteristics of Ammonium Ion by Zeolite 13X, *Journal of Hazardous Material*. 158 (2008) 577-584.
- Zolotov, Y.A and Kuz'min. 1990. "Preconcentration of Trace Elements". *Elsevier*. New York.



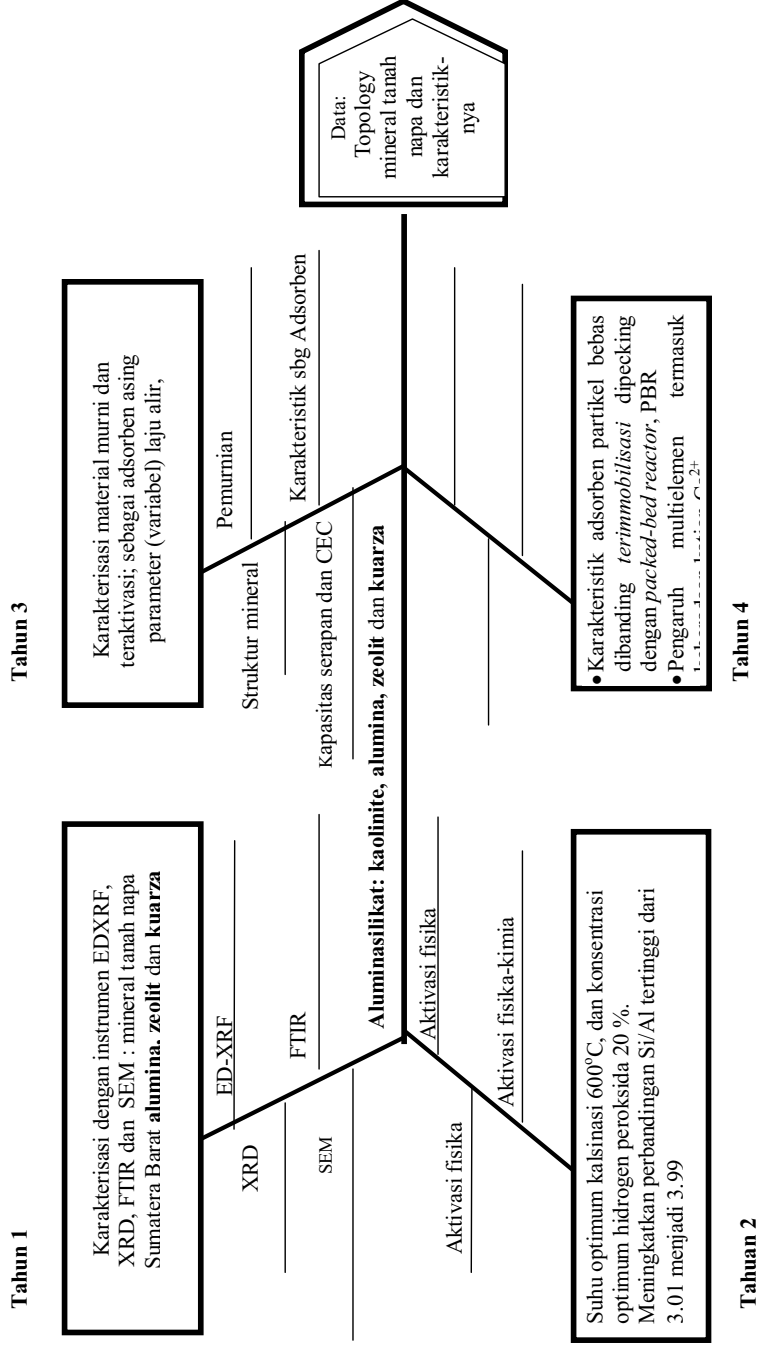


Gambar 4.5 Bagan alir penelitian



Lampiran :

Road Map Penelitian





### Lampiran 3

#### Pengaruh pH awal larutan Pb(II) terhadap adsorpsi oleh tanah napa (massa adsorben 0,5 gram)

pH	V <sub>o</sub>	[Pb(II)] awal (mg/L)	V <sub>a</sub>	[Pb(II)] akhir pengukuran (mg/L)	[Pb(II)] akhir (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/g)	[Pb <sup>2+</sup> ] eq/ Pb <sup>2+</sup> ads (L/g)
2	25	257.645	24.250	87.061	89.754	167.891	<b>8.395</b>	10.692
3	25	257.645	24.250	58.373	60.179	197.466	<b>9.873</b>	6.095
4	25	257.645	24.250	33.686	34.728	222.917	<b>11.146</b>	3.116
5	25	257.645	24.250	41.221	42.496	215.149	<b>10.757</b>	3.950
6	25	257.645	24.250	47.488	48.957	208.688	<b>10.434</b>	4.692

### Lampiran 4

#### Pengaruh konsentrasi awal larutan Pb(II) terhadap adsorpsi oleh tanah napa

pH	V <sub>o</sub>	[Pb(II)] awal (mg/L)	V <sub>a</sub>	[Pb(II)] pengukuran eq rerata (mg/L)	[Pb(II)] eq rerata (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/g)	[Pb <sup>2+</sup> ] eq/ Pb <sup>2+</sup> ads (L/g)
4	25	41.957	24.250	0.610	0.629	41.328	<b>2.066</b>	0.304
4	25	92.241	24.250	1.988	2.050	90.191	<b>4.510</b>	0.455
4	25	124.530	24.250	6.855	7.067	117.463	<b>5.873</b>	1.203
4	25	151.143	24.250	25.576	26.367	124.776	<b>6.239</b>	4.226
4	25	197.028	24.250	32.459	33.463	163.565	<b>8.178</b>	4.092
4	25	236.949	24.250	51.456	53.047	183.902	<b>9.195</b>	5.769
4	25	278.245	24.250	116.627	120.234	158.011	<b>7.901</b>	15.218

### Lampiran 5.

#### Pengaruh Suhu Pemanasan Adsorben terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa

T	Vo	[Pb(II)] awal (mg/L)	Va	[Pb(II)] akhir pengukuran (mg/L)	[Pb(II)] akhir (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/g)	[Pb <sup>2+</sup> ] eq/Pb <sup>2+</sup> ads (L/g)
27	25	236.949	24.250	68.342	70.455	166.494	<b>8.325</b>	8.463
50	25	236.949	24.250	52.929	54.566	182.383	<b>9.119</b>	5.984
75	25	236.949	24.250	50.020	51.567	185.382	<b>9.269</b>	5.563
100	25	236.949	24.250	48.693	50.199	186.750	<b>9.337</b>	5.376
125	25	236.949	24.250	45.937	47.358	189.591	<b>9.480</b>	4.996
150	25	236.949	24.250	94.676	97.604	139.345	<b>6.967</b>	14.009

### Lampiran 6

#### Pengaruh Ukuran Partikel Adsorben terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa

Ukuran (µm)	Vo	[Pb(II)] awal (mg/L)	Va	[Pb(II)] pengukuran akhir (mg/L)	[Pb(II)] akhir (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/g)	[Pb <sup>2+</sup> ] eq/Pb <sup>2+</sup> ads (L/g)
1700-850	25	236.949	24.250	67.749	69.844	167.105	<b>8.355</b>	8.359
850-835	25	236.949	24.250	35.186	36.274	200.675	<b>10.034</b>	3.615
835-350	25	236.949	24.250	10.167	10.482	226.467	<b>11.323</b>	0.926

## Lampiran 7

## Pengaruh Laju Alir Eluen terhadap Adsorpsi Pb(II) oleh Tanah napa

laju alir tetes/ mnt	Vo	[Pb(II)] awal (mg/L)	Va (mL)	[Pb(II)] pengukuran akhir (mg/L)	[Pb(II)] akhir (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/L)	[Pb(II)] ads (mg/g)	[Pb <sup>2+</sup> ] eq/ Pb <sup>2+</sup> ads (L/g)
20	25	236.949	24.250	12.314	12.695	224.254	<b>11.213</b>	1.132
30	25	236.949	24.250	16.058	16.554	220.395	<b>11.020</b>	1.502
40	25	236.949	24.250	33.750	34.794	202.155	<b>10.108</b>	3.442
50	25	236.949	24.250	59.033	60.859	176.090	<b>8.805</b>	6.912
60	25	236.949	24.250	71.341	73.547	163.402	<b>8.170</b>	9.002

## Lampiran 8

## Isotherm Adsorpsi

m	Vo	Co	Va	Ca pengukuran	Ca	C	x	x/m	Log C	Log x/m
0.5	25	41.957	24.250	0.610	0.629	<b>0.629</b>	41.328	<b>0.083</b>	<b>1.623</b>	<b>-1.083</b>
0.5	25	92.241	24.250	1.988	2.050	<b>2.050</b>	90.191	<b>0.180</b>	<b>1.965</b>	<b>-0.744</b>
0.5	25	124.530	24.250	6.855	7.067	<b>7.067</b>	117.463	<b>0.235</b>	<b>2.095</b>	<b>-0.629</b>
0.5	25	151.143	24.250	25.576	26.367	<b>26.367</b>	124.776	<b>0.250</b>	<b>2.179</b>	<b>-0.603</b>
0.5	25	197.028	24.250	32.459	33.463	<b>33.463</b>	163.565	<b>0.327</b>	<b>2.295</b>	<b>-0.485</b>
0.5	25	236.949	24.250	51.456	53.047	<b>53.047</b>	183.902	<b>0.368</b>	<b>2.375</b>	<b>-0.434</b>
0.5	25	278.245	24.250	116.627	120.234	<b>120.234</b>	158.011	<b>0.316</b>	<b>2.444</b>	<b>-0.500</b>



## RINGKASAN

Hasil penelitian **tahun pertama** berupa karakterisasi mineral tanah napa dengan instrumen *Energy Dispersive X-ray fluorescence* (EDXRF), *X-ray diffraction* (XRD), *fourier transform infrared* (FTIR) dan *scanning electron microscope* (SEM) menghasilkan informasi/data penelitian bahwa mineral tanah napa, yang cadangannya cukup melimpah di daerah Kabupaten Tanah Datar, Kota Solok, Kabupaten Solok, Kabupaten Solok Selatan dan Kabupaten Pesisir Selatan dan Sumatera Barat umumnya, adalah kelompok mineral **aluminasilikat**, terutama berupa mineral **kaolinit**. Disamping itu data awal juga mendukung bahwa pada sebagian lokasi ditemukan mineral, **alumina**, **zeolit** dan **kuarsa**. Penelitian **tahun kedua** adalah perlakuan aktivasi yaitu aktivasi fisika, aktivasi kimia dan aktivasi kimia fisika. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) dengan variasi temperatur 400°C, 600°C dan 800°C, aktivasi kimia dilakukan dengan penambahan asam yaitu hidrogen peroksida, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, dengan variasi konsentrasi 10%, 20% dan 30%, sedangkan aktivasi kimia fisika dilakukan dengan penambahan hidrogen peroksida 10%, 20% dan 30% dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 400°C dan 600°C. Tanah napa sebelum dan sesudah aktivasi serta kalsinasi dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform-Infra Red* (FT-IR). Hasil penelitian menunjukkan bahwa suhu optimum untuk kalsinasi tanah napa sebelum aktivasi adalah 600°C, dan konsentrasi optimum hidrogen peroksida 20 %. Aktivasi tanah napa menggunakan hidrogen peroksida 10% dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 600°C merupakan kondisi optimum yang baik untuk aktivasi kimia fisika. Karakteristik komposisi kimia tanah napa sebelum dan setelah aktivasi dianalisis menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF). Data hasil karakterisasi dengan menggunakan XRF menunjukkan komposisi kimia tanah napa dari Kabupaten 50 Kota mengandung silika (SiO<sub>2</sub>) sebanyak 70.067%, alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sebanyak 23.313%, kalium oksida (K<sub>2</sub>O) sebanyak 4.295% dan beberapa senyawa lainnya. Dari komposisi kimianya ini maka tanah napa dapat digolongkan mineral alumina silika kelompok zeolit alam. Aktivasi fisika dengan kalsinasi optimum pada temperatur 600°C karena dapat mengurangi kadar air terbanyak dari dalam zeolit dan kalsinasi pada temperatur 800°C dapat merusak zeolit. Aktivasi kimia dengan penambahan hidrogen peroksida optimum pada konsentrasi 20% karena dapat meningkatkan perbandingan Si/Al dari 3.01 menjadi 3.84 melalui reaksi dealuminasi zeolit. *Aktivasi kimia fisika optimum pada penambahan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 20% dan kalsinasi pada temperatur 600°C yang dapat meningkatkan perbandingan Si/Al tertinggi dari 3.01 menjadi 3.99.* Kondisi optimum Tanah Napa sebagai adsorben untuk logam Pb(II) adalah pada pH 4, konsentrasi larutan optimum 250 mg/L, ukuran partikel dan suhu pemanasan adsorben pada 830-350µm dan 125°C, serta laju alir optimum yaitu 20 tetes/menit. Data hasil penelitian sesuai dengan kurva Langmuir yaitu jika diplot C/m sebagai fungsi C maka didapatkan kurva linear sehingga konstanta afinitas serapan (*k*) dan kapasitas serapan maksimum (*a<sub>m</sub>*) nya dapat diketahui dengan menggunakan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir yaitu berturut-turut 20,8529 dan 9,34 mg/g.