

**OPTIMASI SISTEM PEMEKATAN UNTUK ANALISA ION Mg^{2+}
MENGUNAKAN ZEOLIT ALAM YANG DIAKTIVASI SEBAGAI
ABSORBEN**

SKRIPSI

*Diajukan Kepada Dosen Pembimbing Jurusan Kimia Sebagai Salah Satu
Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains*



OLEH:

FIRMANSYAH ZONEL PUTRA

15036089 / 2015

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2018

PERSETUJUAN SKRIPSI

**OPTIMASI SISTEM PEMEKATAN UNTUK ANALISA Mg^{2+}
MENGUNAKAN ZEOLIT ALAM YANG DIAKTIVASI SEBAGAI
ABSORBEN**

Nama : Firmansyah Zonel Putra
Nim : 15036089
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

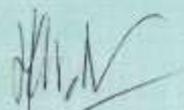
Padang, 14 Februari 2018

Dosen Pembimbing I,

Dosen Pembimbing II,



Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19721024 199802 1 001



Dr. Hardeli, M.Si
NIP. 19640113 199103 1 001

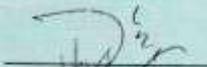
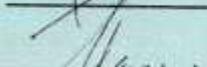
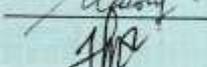
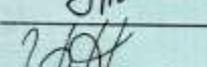
HALAMAN PENGESAHAN

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Optimasi Sistem Pemekatan Untuk Analisa Ion Mg^{2+}
Menggunakan Zeolit Alam Yang Diaktivasi sebagai Absorben
Nama : FIRMANSYAH ZONEL PUTRA
NIM : 15036089
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 14 Februari 2018

Tim Penguji

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D	
2. Sekretaris : Dr. Hardeli, M.Si	
3. Anggota : Dr. Mawardi, M.Si	
4. Anggota : Hary Sanjaya, S.Si, M.Si	
5. Anggota : Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

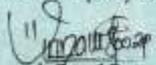
Nama : Firmansyah Zonel Putra
TM/NIM : 2015/15036089
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/02 Maret 1993
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Jl. Gajah Mada Dalam RT 04 RW 06 Kelurahan
Gunung Pangilun Kecamatan Padang Utara Kota
Padang 25137 Sumatera Barat
No.HP/Telepon : 085278292793
Judul Skripsi : Optimasi Sistem Pemekatan Untuk Analisa Ion Mg^{2+}
Menggunakan Zeolit Alam Yang Diaktivasi sebagai
Absorben

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangan **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, Februari 2018
Yang membuat pernyataan,


Firmansyah Zonel Putra
NIM : 15036089

ABSTRAK

Firmansyah Zonel Putra (2018): “Optimasi Sistem Pemekatan untuk Analisa Ion Mg^{2+} Menggunakan Zeolit Alam Yang Diaktivasi sebagai Absorben (AAS)”.

Pemekatan ion logam Mg^{2+} menggunakan zeolit alam sebagai absorben telah dilakukan. Zeolit alam dapat digunakan sebagai absorben karena memiliki pori dan gugus aktif penukar kation. Zeolit alam yang digunakan dengan ukuran partikel 45-53 μm yang diaktivasi dengan HCl 1 M. Kapasitas serapan maksimum dan afinitas serapan zeolit alam teraktivasi terhadap ion logam Mg^{2+} adalah 0,984. Ion logam Mg^{2+} yang teradsorpsi pada zeolit alam akan didesorpsi dengan asam oksalat dan HCl dengan berbagai konsentrasi dan diukur dengan HIC. Volume larutan Mg^{2+} sebanyak 20 mL dengan konsentrasi 2 ppm yang digunakan dibuat tetap. Konsentrasi asam oksalat dan HCl yang digunakan adalah 0,01 M; 0,1 M; dan 1 M dengan volume tetap sebanyak 5 mL.

Kata Kunci: Pemekatan, Ion Mg^{2+} , Zeolit Alam, dan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Optimasi Sistem Pemekatan untuk Analisa Ion Mg²⁺ Menggunakan Zeolit Alam Yang Diaktivasi Sebagai Absorben”**. Shalawat dan salam untuk nabi tauladan kita, Muhammad SAW yang telah memberikan tauladan dalam setiap aktivitas yang kita lalui.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan untuk memperoleh Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada :

1. Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku pembimbing I yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
2. Bapak Dr. Hardeli, M.Si selaku pembimbing II sekaligus Penasehat Akademik juga yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
3. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku dosen pembahas sekaligus Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
4. Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku dosen pembahas sekaligus Ketua Prodi Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D selaku dosen pembahas

6. Kedua Orang Tua penulis yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas yang dilakukan penulis.
7. Teman-Teman Kimia angkatan tahun 2013 juga Kimia Transfer 2015.

Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis ucapakan terima kasih.

Padang, Mei 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	I
KATA PENGANTAR	II
DAFTAR ISI.....	IV
DAFTAR GAMBAR	VI
DAFTAR TABEL.....	VII
DAFTAR LAMPIRAN.....	VIII
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Batasan Masalah	4
1.3 Rumusan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Sistem Pemekatan	6
2.2 Zeolit Alam	8
2.3 Adsorpsi dan Desorpsi	13
2.4 Isoterm Adsorpsi.....	14
2.4.1 Isoterm Langmuir	14
2.4.2 Isoterm BET (Brunauer, Emmet dan Teller).....	15
2.4.3 Magnesium	17
2.5 AAS (<i>Atomic Absorption Spectroscopy</i>)	18
2.6 On-line dan Off-line Enrichment	21
BAB III METODE PENELITIAN.....	22
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	22
3.2 Jenis Penelitian.....	22
3.3 Objek Penelitian.....	22
3.4 Alat dan Bahan.....	23
3.4.1 Alat	23
3.4.2 Bahan.....	23
3.5 Prosedur Penelitian.....	23
3.5.1 Pembuatan Reagen	23
3.5.2 Aktivasi zeolite alam	24
3.5.3 Penentuan kapasitas optimum serapan zeolit alam teraktivasi terhadap ion logam Mg ²⁺	24
3.5.4 Penentuan Sistem Pemekatan Ion Mg ²⁺ dengan variasi konsentrasi Eluen.....	24
3.5.5 Aplikasi Sistem Pemekatan untuk ion Mg ²⁺ secara AAS	25
3.5.6 Analisa data	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Aktivasi Zeolit Alam.....	26

4.2 Kapasitas serapan optimum zeolit alam teraktivasi terhadap ion logam Mg ²⁺	27
4.3 Penentuan Sistem Pemekatan Ion Mg ²⁺ dengan variasi konsentrasi Eluen.....	30
4.4 Aplikasi sistem pemekatan Ion Logam Mg ²⁺ dengan pendesorpsi HCl 0,1 M.....	34
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	35
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran	35
KEPUSTAKAAN	37

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Kerangka Utama Zeolit	9
2. Struktur Penyusun Zeolit.....	9
3. Struktur Pori di dalam Zeolit	10
4. Kurva Isoterm Langmuir.....	15
5. Skema Kerja AAS	18

DAFTAR TABEL

Halaman

1. Klasifikasi Zeolit.....	13
----------------------------	----

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

1. Aktivasi zeolite alam dengan HCl 1 M	42
2. Penentuan kapasitas optimum serapan zeolit alam teraktivasi terhadap ion logam Mg^{2+}	42
3. Sistem Pemekatan Ion Mg^{2+} dengan variasi konsentrasi Eluen	43
4. Aplikasi Sistem Pemekatan Ion Mg^{2+} menggunakan AAS	44
5. Perhitungan Pembuatan Reagen	45
6. Perhitungan Hasil Penelitian	50
7. Hasil Dokumentasi Penelitian	60

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Berkembangnya kehidupan modern masyarakat kota pada saat ini membawa konsekuensi pada gaya hidup yang dijalani. Gaya hidup masyarakat kota dapat dilihat dari aktifitas kesehariannya, interest, kebutuhan hidup juga mode yang dipakai dan lain sebagainya, yang semua itu dapat dilihat perubahannya dari kebiasaan sebelumnya. Kebutuhan manusia menurut tingkat kepentingannya (intensitasnya) dapat dibagi menjadi tiga bagian, yaitu kebutuhan primer, kebutuhan sekunder dan kebutuhan tersier. Kebutuhan primer merupakan kebutuhan yang mutlak harus dipenuhi dan seandainya tidak bisa dipenuhi maka kelangsungan hidup manusia dapat terganggu. Contohnya yaitu pada makanan, minuman, pakaian dan kesehatan sehari-hari (Mulyanti, et al., 2014)

Air merupakan sumber daya alam yang memiliki peranan penting dalam kelangsungan hidup manusia. Air banyak digunakan untuk kebutuhan pertanian, perikanan, industri dan kebutuhan sehari-hari manusia lainnya. (Yumiati et al., 1992)

Manusia perlu minum karena merupakan hal yang penting sebagai salah satu cara mempertahankan hidup dan sekaligus menghilangkan rasa dahaga. Apalagi dinegara yang mempunyai iklim tropis (panas) yang dapat menyebabkan orang mudah kehilangan tenaga dan cairan, minuman sangat dibutuhkan oleh setiap orang dimana saja dan kapan saja, yang dapat menghilangkan rasa haus dan

mengembalikan stamina yang telah hilang saat bekerja dengan harga yang relatif terjangkau, yaitu minuman ringan (Mulyanti, et al., 2014)

Minuman ringan merupakan minuman yang tidak mengandung alkohol (non-alkohol), seperti minuman isotonik (Prasetya, 2008). Menurut *World wide food* (2014) minuman ringan di Indonesia meningkat menjadi 48,57% setiap tahunnya. Indonesia merupakan negara kelima terbesar yang mengkonsumsi minuman ringan sebagai pengganti air mineral. Minuman ringan yang sering dipilih untuk dikonsumsi adalah salah satunya minuman isotonik.

Minuman isotonik merupakan minuman yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat, karena mudah didapatkan dan rasa yang manis juga menyegarkan tanpa mengetahui dampak negatifnya (Coombes, 2005). Minuman isotonik mengandung beberapa jenis asam yang tinggi, seperti asam fosfat, asam sitrat, asam maleat dan asam tartrat, minuman isotonik juga ke dalam adsorben (Handayani, et al., 2009).

Adsorben juga digunakan ke dalam proses sorpsi yang dapat berupa bahan berpori. Bahan berpori yang dipilih karena mereka mempunyai luas permukaan dalam yang jauh lebih besar dibandingkan luas permukaan luarnya (Ulku, 1991). Bahan adsorben yang digunakan pada umumnya merupakan bahan yang memiliki sisi aktif pada permukaan serta mempunyai luas permukaan yang besar. Salah satunya yang banyak diteliti dan digunakan saat ini adalah zeolit alam.

Zeolit adalah mineral aluminosilikat yang mengandung tukar alkali dan alkali kation logam tanah (biasanya Na, K, Ca, dan Mg) serta air dalam kerangka

strukturalnya (Zou, *et al.*,2006). Zeolit telah banyak diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion dan katalis (Lestari, 2010). Zeolit mempunyai bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan setiap arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar sehingga sangat baik digunakan sebagai adsorben (Suardana, 2008). Zeolit alam apabila diaplikasikan sebagai adsorben mengandung banyak pengotor. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Aktivitas zeolit dapat ditingkatkan dengan melakukan proses aktivasi zeolit (Khairinal, 2000). Aktivasi zeolit dilakukan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zeolit alam (Yuanita, 2010), menambah luas permukaan zeolit alam (Weitkamp, 1999) dan meningkatkan kemampuan daya serap dari zeolit alam (Sutarti, 1994).

Proses aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu secara fisika dan kimiawi. Aktivasi secara fisika dilakukan dengan cara pemanasan. Pemanasan zeolit bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga luas permukaan pori-pori bertambah (Sutarti, 1994). Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan perlakuan asam dan basa. Aktivasi kimia bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan (Weitkamp, 1999).

Akan tetapi sebagian besar instrumen tidak dapat mendeteksi ion logam pada konsentrasi yang rendah, oleh sebab itu sistem pemekatan memberikan solusi terhadap keterbatasan sensitivitas instrumen dalam penentuan logam pada konsentrasi yang sangat rendah (Koester, 2005). Pemekatan merupakan suatu metoda yang dilakukan untuk menaikkan konsentrasi analit tanpa melalui proses

penambahan standar. Salah satu teknik pemekatan ion logam adalah Ekstraksi Fasa Padat (Rohyami, 2013) Ekstraksi fasa padat (*solid phase extraction*) merupakan salah satu teknik pemekatan atau prakonsentrasi melalui proses adsorpsi (Handayani dan Eko, 2009).

Pemekatan ini dapat dilakukan secara langsung pada kolom disebut dengan Teknik On-Line (Hirata, *et al.*, 1989). Sedangkan pemekatan yang tidak terhubung didalam kolom kromatografi disebut teknik Off-Line (Veguería, 2013). Pada penelitian ini akan dilakukan **Optimasi Sistem Pemekatan untuk analisa ion Mg^{2+} Menggunakan Zeolit Alam Yang Diaktivasi sebagai Absorben.**

1.2 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Ion logam yang akan dianalisis adalah ion Mg^{2+} .
2. Konsentrasi Ion logam Mg^{2+} yang digunakan untuk adsorpsi adalah 10 ppm; 20 ppm; 30 ppm; 40 ppm dan 50 ppm.
3. Adsorben yang digunakan adalah Zeolit alam yang diaktivasi dengan HCl 1 M.
4. Analisa Ion Mg^{2+} dilakukan dengan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

1.3 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Berapakah kapasitas serapan optimum zeolit alam teraktivasi terhadap ion Mg^{2+} ?

2. Berapakah kapasitas serapan maksimum zeolit alam yang teraktivasi ?
3. Berapa afinitas serapan pada ion logam Mg^{2+} terhadap zeolit alam teraktivasi ?

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menentukan kapasitas serapan optimum zeolit alam teraktivasi terhadap ion Mg^{2+} .
2. Menentukan afinitas serapan pada ion logam Mg^{2+} untuk mendapatkan pemekatan.
3. Mengetahui analisa Mg^{2+} dengan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang ingin didapatkan dari penelitian ini adalah dapat menentukan kondisi optimum konsentrasi eluen pada sistem pemekatan kation Mg^{2+} dengan adsorben zeolit alam yang telah diaktivasi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sistem Pemekatan

Prakonsentrasi merupakan suatu metoda yang dilakukan untuk menaikkan konsentrasi analit tanpa melalui proses penambahan standar atau secara sederhana dapat disebut juga dengan proses pemekatan. Beberapa teknik yang umum digunakan untuk prakonsentrasi ion logam diantaranya adalah penguapan pelarut, ekstraksi pelarut, ekstraksi fasa padat, presipitasi dan pertukaran ion (Istigfar, 2014).

Tiap metoda prakonsentrasi memiliki keunggulan dan kelemahan masing-masing. Penggunaan teknik penguapan pelarut untuk pemekatan akan lebih praktis jika jumlah suatu sampel yang dianalisis sedikit, maka pengurangan volume sampel yang relatif kecil, serta analit tidak mudah terkomposisi serta nonvolatil. Preparasi menggunakan metoda ini lebih rentan dari kesalahan sebagai akibat sistem yang terbuka ketika proses penguapan. Sistem terbuka memungkinkan terjadinya transfer materi dari luar dan ke dalam sistem (Panggabean, 2014).

Penggunaan metoda prakonsentrasi sebagai tahap awal analisis instrumental untuk menentukan konsentrasi logam renik dalam air, telah banyak dilakukan (Leyden, *et al.*, 1991) hal-hal yang berkaitan dengan kurang efektifan serta pengaruh matriks terhadap pengukuran dapat diperkecil melalui metoda prakonsentrasi yang sesuai (Koester, 2005).

Berbagai ion logam tersebut pada konsentrasi yang sangat rendah atau pada tingkat runtuhan di dalam bahan lingkungan harus dapat dideteksi. Oleh karena itu diperlukan metoda analisis dengan batas deteksi yang rendah. Analisis untuk mendeteksi bahan yang konsentrasinya lebih kecil dari 1 ppm disebut *trace analysis*.

Teknik ini mempunyai keunggulan jika dibandingkan dengan teknik lain, terutama karena biayanya kecil dan bahan adsorben yang digunakan biasanya dapat digunakan ulang (*reusable*). Pada teknik ini, adsorben yang digunakan pada umumnya adalah bahan yang memiliki sisi aktif pada permukaan serta mempunyai luas permukaan yang besar.

Aplikasi ekstraksi fasa padat sangat luas, antara lain untuk preparasi sampel dalam rangka analisis senyawa obat baru, analisis metabolit dalam berbagai *body liquid* seperti darah, serum dan urine, dan untuk memisahkan ion logam berat dari jenis ion logam lain. Apabila proses ekstraksi terhadap larutan ion logam dilakukan pengulangan beberapa kali untuk sejumlah adsorben (tanpa diganti) dan selanjutnya dilakukan proses elusi maka konsentrasi ion logam berat dalam eluen akan meningkat. Proses inilah yang disebut prekonsentrasi. Proses ekstraksi fasa padat ion logam dilakukan dengan mengadsorpsi ion logam melalui sistem alir dan kemudian dielusi dengan eluen tertentu.

Faktor yang berperan pada ekstraksi fasa padat secara umum adalah jenis padatan sebagai ekstraktan dan jenis eluen. Pada proses elusi pertama digunakan eluen yang tidak kuat sehingga diharapkan ion logam alkali tanah dan transisi

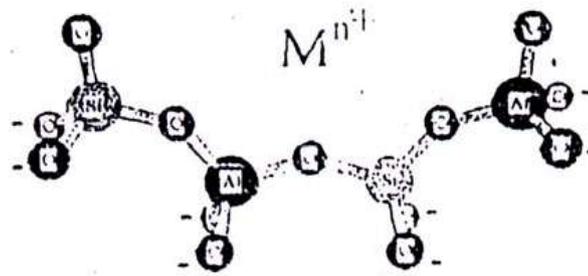
pertama (sebagai matriks) sudah dapat terelusi sempurna. Kemudian untuk mendapatkan kembali ion logam berat, elusi dilakukan dengan eluen yang mempunyai kekuatan elusi tinggi terhadap ion logam berat sehingga diharapkan semua ion logam berat dapat terelusi (Sulastri, 2010).

2.2 Zeolit Alam

Nama zeolit berasal dari kata “*zein*” yang berarti mendidih dan “*lithos*” yang artinya batuan, disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau mengembang apabila dipanaskan. Hal ini menggambarkan perilaku mineral ini yang dengan cepat melepaskan air bila dipanaskan sehingga kelihatan seolah-olah mendidih (Ismaryata, 1999).

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga, yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam, biasanya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Cheetam, 1992).

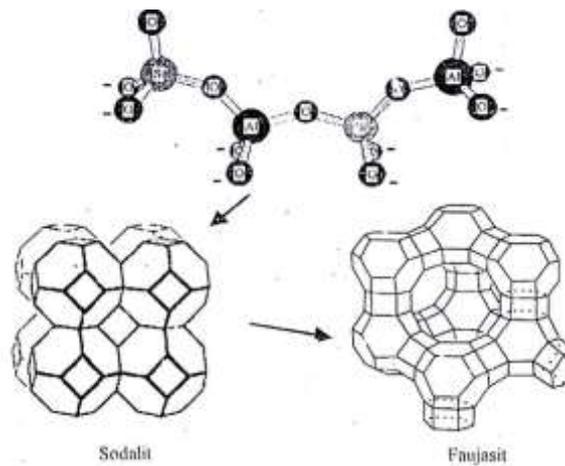
Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang saling berhubungan melalui atom O (Barrer, 1987). Kerangka dasar zeolit dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kerangka Utama Zeolit

(Lesley, *et al.*, 2001)

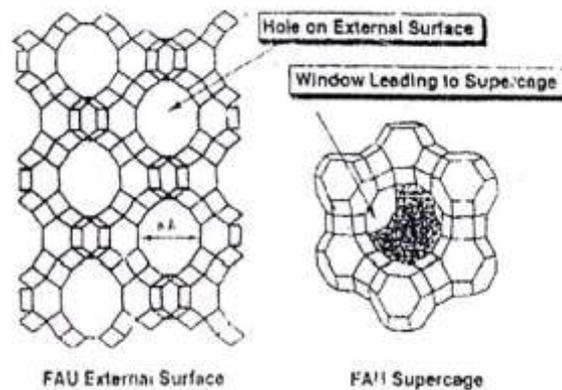
Sedangkan struktur penyusun zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur Penyusun Zeolit

(Weller, 1994).

Zeolit mempunyai struktur berongga yang biasanya diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori tertentu (Weller, 1994). Struktur tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur Pori di dalam Zeolit

(Weller, 1994).

Secara umum, terdapat dua macam zeolit, yaitu zeolit alami dan zeolit sintetik. Ada hampir 50 jenis zeolit alami yang berbeda (klinoptilolit, filipsit, modernit dan lain-lain) dengan bermacam-macam sifat kimia dan fisik. Perbedaan utama dari zeolit yang satu dengan zeolit lainnya adalah struktur kristal, jumlah komposisi kimia, massa jenis partikel, selektivitas kation, ukuran pori-pori molekul dan kekuatannya.

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batubatuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dandangin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Anggapan lain menyatakan proses terjadinya zeolit berawal dari debu-debu gunung berapi yang beterbangan kemudian mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu

debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen-sedimen yang mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut (Setyawan, 2002).

Zeolit alam mempunyai struktur rangka, mengandung ruang kosong yang ditempati oleh kation dan molekul air yang bebas sehingga memungkinkan pertukaran ion atau *chemisorptions* (Adamson, 1990).

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 (Khairinal, 2000).

Proses aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu secara fisika dan kimiawi. Aktivasi secara fisika berupa pemanasan zeolit dengan tujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga luas permukaan pori-pori bertambah. Pemanasan dilakukan dalam oven biasa pada suhu 300-400°C. Aktivasi secara kimia dilakukan dengan larutan asam H₂SO₄ atau basa NaOH dengan tujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan. Pereaksi kimia ditambahkan pada zeolit yang telah disusun dalam tangki dan diaduk dalam jangka waktu tertentu. Zeolit kemudian dicuci dengan air sampai netral dan selanjutnya dikeringkan. Zeolit yang cocok untuk adsorben yaitu apabila diaktifkan akan memberikan rasio Si/Al yang tinggi (10-100). Zeolit dengan rasio Si/Al tinggi bersifat *hidrofob* (Sutarti, 1994).

Zeolit mempunyai bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan setiap arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar sehingga sangat baik digunakan sebagai adsorben (Suardana, 2008).

Zeolit alam digunakan secara luas dalam bidang industri maupun pertanian. Penggunaan zeolit dalam bidang pertaniannya diantaranya sebagai suplement pakan ternak dan perbaikan (improvers) tanah, sedangkan dalam bidang industri dan lingkungan digunakan sebagai agen penukar ion, adsorpsi katalis, penjernihan air dalam kolam renang dan air tercemar lainnya (Khaidir, 2011).

Klasifikasi Zeolit

Grup	Jenis Zeolit	Rumus Kimia
Analsim	Analsim	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{95}].6\text{H}_2\text{O}$
	Wairakit	$\text{Ca}_8[\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{95}].6\text{H}_2\text{O}$
Natrolit	Natrolit	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}].6\text{H}_2\text{O}$
	Thomsonit	$\text{Na}_{16} \text{Ca}_8 [\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{95}].6\text{H}_2\text{O}$
Heulandit	Heulandit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}].24\text{H}_2\text{O}$
	Klipnotilolit	$\text{Na}_6[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}].24\text{H}_2\text{O}$
Filipsit	Filipsit	$\text{K}_2\text{Ca}_{1.5}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{10}\text{O}_{32}].12\text{H}_2\text{O}$
	Zeolit Na-P-1	$\text{Na}_8[\text{Al}_{31}\text{Si}_{24}\text{O}_{16}].16\text{H}_2\text{O}$
Modernit	Modernit	$\text{Na}_8[\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{95}].24\text{H}_2\text{O}$
	Ferierit	$\text{NaCa}_{0.5}\text{Mg}_2[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}].24\text{H}_2\text{O}$
Kabazit	Kabazit	$\text{Ca}_2[\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}].13\text{H}_2\text{O}$
	Zeolit L	$\text{K}_6\text{Na}_3[\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}].6\text{H}_2\text{O}$

Faujasit	Faujasit	$\text{Na}_{12}\text{Ca}_{12}\text{Mg}_{11}[\text{Al}_{55}\text{Si}_{340}\text{O}_{385}].235\text{H}_2\text{O}$
	Zeolit A	$\text{Na}_{12}[\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}].27\text{H}_2\text{O}$
Laumontit	Laumontit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{46}].16\text{H}_2\text{O}$
Pentasil	ZSM-5	$\text{Na}_{11}[\text{Al}_{13}\text{Si}_{96}\text{O}_{192}].16\text{H}_2\text{O}$
Zeotip	AIPO\$-5	$[\text{Al}_{12}\text{P}_{12}\text{O}_{48}](\text{C}_3\text{H}_7)_4 \text{NOH}.q\text{H}_2\text{O}$

Tabel 1. Klasifikasi Zeolit Mumpton 1999; Rouquerol *et al.* 1999; Suhala & Arifin 1997; Robson & Lillerud 2001; Treacy & Higgins 2007 dalam Khaidir, 2011

2.3 Adsorpsi dan Desorpsi

Sorpsi adalah proses penyerapan ion oleh partikel penyerap (sorban). Proses sorpsi dibedakan menjadi dua yaitu adsorpsi dan absorpsi. Dinamakan proses adsorpsi jika ion tersebut tertahan dipermukaan partikel penyerap (sorban), sedangkan dinamakan absorpsi jika proses pengikatan ini berlangsung sampai didalam partikel penyerap (Adamson, 1990). Zat yang teradsorpsi disebut sebagai adsorbat dan zat yang mengadsorpsi disebut adsorben. Proses balik dari adsorpsi disebut desorpsi (Atkins, 1989). Adsorben pada umumnya adalah zat padat yang berongga, seperti zeolit (Agustiningtyas, 2012).

Peristiwa adsorpsi dapat terjadi pada adsorben yang umumnya terjadi pada zat padat. Adsorpsi oleh zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi secara fisika (fisisorpsi) dan secara kimia (chemisorpsi). Adsorpsi fisika diakibatkan oleh gaya *van der waals*. Adsorpsi fisika umumnya terjadi pada permukaan dengan

ikatan yang lemah. Adsorpsi fisika umumnya terjadi pada temperature rendah dengan bertambahnya temperatur jumlah adsorpsi berkurang dengan mencolok. Pada adsorpsi secara kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan (Adamson, 1990). Sedangkan desorpsi adalah proses pelepasan kembali ion/molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben (Atkins, 1989)

2.4 Isoterm Adsorpsi

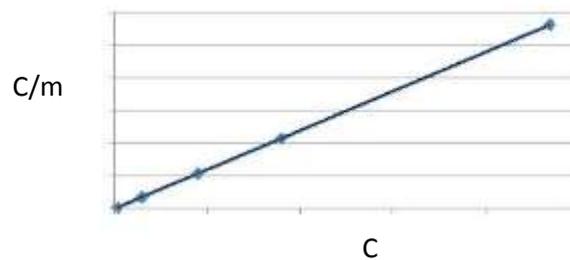
Isoterm adsorpsi menunjukkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi adsorban yang teradsorpsi pada permukaan padatan dengan konsentrasi adsorban yang tetap berada dalam larutan. Kesetimbangan terjadi saat laju pengikatan adsorben terhadap adsorban sama dengan laju pelepasannya (Agustiningtyas, 2012).

2.4.1 Isoterm Langmuir

Isoterm Langmuir merupakan isoterm paling sederhana yang didasarkan pada asumsi bahwa setiap tempat adsorpsi adalah ekuivalen, dan kemampuan partikel untuk terikat di tempat itu, tidak bergantung pada kedekatan tempat (Atkins, 1989). Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat diturunkan secara teoritis dengan menganggap terjadinya kesetimbangan antara molekul-molekul zat yang diadsorpsi pada permukaan adsorben dengan molekul-molekul zat yang tidak teradsorpsi. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{C}{m} = \frac{1}{bK} + \frac{1}{b}C$$

C adalah konsentrasi kesetimbangan, m adalah jumlah zat yang teradsorpsi per gram adsorben (mg/g), b adalah kapasitas serapan maksimum (mg/g) dan K adalah tetapan kesetimbangan (afinitas serapan). Bila data yang diperoleh memenuhi persamaan tersebut di atas, maka plot C/m terhadap C akan menghasilkan garis lurus dengan slope 1/b dan intersep 1/bK. Kurva isoterm adsorpsi Langmuir dapat disajikan seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva Isoterm Langmuir

2.4.2 Isoterm BET (Brunauer, Emmet dan Teller)

Isoterm Langmuir mengabaikan kemungkinan bahwa monolapisan awal dapat berlaku sebagai substrat untuk absorpsi (fisika) selanjutnya. Dalam hal ini, isoterm itu tidak mendatar pada suatu nilai jenuh pada tekanan tinggi tetapi dapat diharapkan naik secara tak terbatas. Isoterm yang paling banyak digunakan dalam pembahasan adsorpsi multilapisan diturunkan oleh Stepher Brunauer, Paul Emmett dan Edward Teller disebut Isoterm BET.

Dalam isoterm BET, volume total yang teradsorpsi sebanding dengan jumlah partikel teradsorpsi (Atkins, 1989).

$$\frac{V}{V_{mon}} = \frac{cz}{(1-z)\{1-(1-c)z\}} \quad z = \frac{p}{p^*}$$

Dengan p^* merupakan tekanan uap di atas lapisan tebal makroskopis dari cairan murni pada permukaannya, V_{mon} adalah volume yang sesuai dengan penutupan monolapisan dan c merupakan konstanta yang nilainya besar jika entalpi desorpsi dari monolapisan lebih besar dibandingkan dengan entalpi penguapan adsorban cair.

Isoterm BET cukup sesuai dengan pengamatan eksperimen pada jarak tekanan terbatas. Pada tekanan rendah isoterm ini menaksir tingkat absorpsi terlalu rendah dan pada tekanan tinggi menaksirnya terlalu tinggi (Atkins, 1989).

2.4.3 Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich adalah satu dari beberapa persamaan awal yang diusulkan untuk menghubungkan jumlah bahan teradsorpsi terhadap konsentrasi bahan dalam larutan, yang dirumuskan dalam persamaan dibawah ini:

$$m = k.C^{1/n}$$

keterangan :

m = massa zat teradsorpsi per satuan massa adsorban

C = konsentrasi larutan

k dan n adalah tetapan.

Karena molekul-molekul dalam zat padat tiap arah sama maka gaya tarik menarik antara satu molekul dengan yang lain di sekelilingnya adalah seimbang. Sebab daya tarik yang satu akan dinetralkan oleh yang lain yang letaknya simetris atau kata lain, resultan gayanya sama dengan nol.

Lain halnya yang ada dipermukaan, gaya-gaya tersebut tidak seimbang karena pada suatu arah di sekeliling tersebut tidak ada molekul lain yang

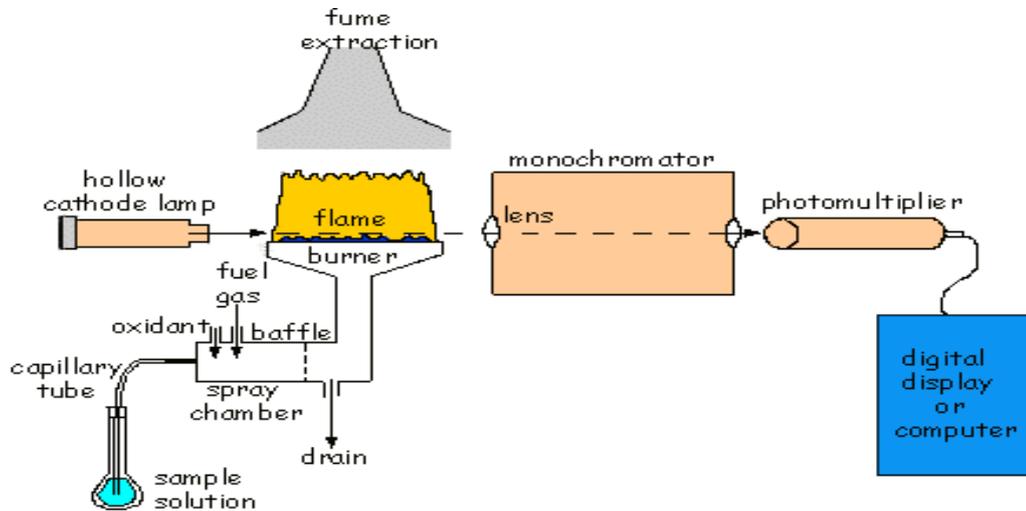
menariknya. Akibatnya zat tersebut akan mempunyai sifat menarik molekul-molekul gas atau solute ke permukaannya, fenomena ini disebut adsorpsi (Izanloo, 2005).

2.4.3 Magnesium

Magnesium adalah logam putih, yang dapat ditempat dan liat. Magnesium melebur pada suhu 605°C . Magnesium mudah terbakar dalam udara atau oksigen dengan mengeluarkan cahaya putih yang cemerlang, membentuk oksida MgO dan beberapa nitrida Mg_3N_2 . Magnesium juga perlahan-lahan akan terurai oleh air pada suhu biasa, tetapi pada titik didih air reaksi berlangsung dengan cepat. Magnesium membentuk kation magnesium (II), Mg^{2+} dalam larutan-larutan air. Garam garamnya biasanya berupa bubuk putih dan membentuk larutan yang tak berwarna, kecuali bila anionnya berwarna. (Vogel, 1985).

Magnesium dihasilkan dengan beberapa cara. Sumber yang terpenting adalah batuan dolomit dan air laut, yang mengandung 0,13% Mg. Magnesium berwarna putih keabu-abuan dan mempunyai permukaan pelindung lapisan tipis oksida. Jadi ia tidak diserang oleh air meskipun kemungkinannya sangat kuat, kecuali bila berupa amalgam. Magnesium digunakan dalam aliansi konstruksi sinar pembuatan preaksi Grignard dengan interaksinya terhadap alkil atau aril halida dalam larutan eter. Ia sangat penting bagi kehidupan karena terdapat dalam klorofi (F. Albert Cotton. 1989).

2.5 AAS (Atomic Absorption Spectroscopy)



Gambar 5. Skema Kerja AAS

AAS (Atomic Absorption Spectroscopy) merupakan suatu alat yang digunakan pada metoda analisis untuk penentuan unsur-unsur logam yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Scoog, 2000).

Teknik AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya, tergantung pada sifat unsur dan panjang gelombang tertentu atau interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Teknik AAS digunakan untuk penentuan logam berat karena memiliki tingkat akurasi, presisi.

Gambar 5 Skema Peralatan Atomic Absorption Spectroscopy.

Bagian-Bagian pada AAS :

1. Lampu Katoda

Lampu katoda berfungsi sebagai sumber cahaya untuk memberikan energi sehingga unsur logam yang akan diuji. Sumber cahaya yang paling banyak

digunakan adalah lampu katoda berongga (*Hollow lamp cathode*). Lampu katoda ini terdiri dari anoda tungsten dan katoda berongga berbentuk silinder yang terbuat dari unsur yang akan ditentukan. Lampu katoda ini ditutupi dalam tabung gelas yang diisi dengan gas inert, misalnya neon atau argon pada tekanan antara 1 Nm² dan 5 Nm². Ionisasi beberapa atom gas inert terjadi dengan menerapkan perbedaan potensial sekitar 300-400 V antara anoda dan katoda. Ion-ion gas inert tersebut membombardir katoda dan mengeluarkan atom logam dari katoda dalam proses yang disebut sputtering. Pembombardir oleh ion gas inert tersebut menyebabkan atom logam yang mengalami sputtering menjadi berada dalam keadaan tereksitasi. Ketika atom yang tereksitasi tersebut kembali ke keadaan dasar maka radiasi karakteristik dari logam akan dipancarkan (Hargis, 1988).

2. Tabung Gas

Tabung gas pada AAS yang digunakan merupakan tabung yang berisi gas asetilen. Gas asetilen pada AAS memiliki kisaran suhu $\pm 20.000\text{K}$ dan ada juga tabung gas yang berisi gas N₂O yang lebih panas dari gas asetilen, dengan kisaran suhu $\pm 30.000\text{K}$. Regulator pada tabung gas asetilen berfungsi untuk pengaturan banyaknya gas yang akan dikeluarkan dan gas yang berada di dalam tabung. Spedometer pada bagian kanan regulator merupakan pengatur tekanan yang berada di dalam tabung.

3. Ducting

Ducting merupakan bagian cerobong asap untuk menyedot asap atau sisa pembakaran pada AAS yang langsung dihubungkan pada cerobong asap bagian luar pada atap bangunan, agar asap yang dihasilkan oleh AAS tidak berbahaya bagi

lingkungan sekitar. Asap yang dihasilkan dari pembakaran pada AAS, diolah sedemikian rupa didalam ducting agar polusi yang dihasilkan tidak berbahaya.

4.Kompresor

Kompresor meruoakan suatu alat yang terpisah dengan main unit, karena alat ini berfungsi untuk mensuplai kebutuhan udara yang akan digunakan oleh AAS pada waktu pembakaran atom. Kompresor memiliki 3 tombol pengatur tekanan, dimana pada bagian yang kotak hitam merupakan tombol ON-OFF , spedo pada bagian tengah merupakan besar kecilnya udara yang akan dikeluarkan atau berfungsi sebagai pengatur tekanan, sedangkan tombol yang kanan merupakan tombol pengaturan untuk mengatur banyak atau sedikitnya udara yang akan disemprotkan ke burner

5.Burner

Burner merupakan bagian paling terpenting didalam main unit, karena burner berfungsi sebagai tempat pencampuran gas asetilen dan aquabides agar tercampur merata dan dapat terbakar pada pemantik api secara baik dan merata. Lobang yang berada pada burner merupakan lobang pemantik api, dimana pada lobang inilah awal dari proses pengatomisian nyala api.

6.Monokromator

Berfungsi sebagai mengisolasi salah satu garis resonansi atau radiasi dari sekian banyak spectrum yang dihasilkan oleh lampu piar hellow cathode atau untuk merubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromator yaitu prisma, kaca untuk daerah sinar tampak, kuarsa untuk daerah UV, rock salt (Kristal garam) untuk daerah IR dan kisi difraksi.

7. Detektor

Dikenal dua macam detektor, yaitu detektor foton dan detektor panas. Detektor panas biasa dipakai untuk mengukur radiasi inframerah termasuk thermocouple dan bolometer. Detektor berfungsi untuk mengukur intensitas radiasi yang diteruskan dan telah diubah menjadi energi listrik oleh fotomultiplier.

2.6 On-line dan Off-line Enrichment

Penentuan kotoran organik dalam sampel air telah kepentingan tertentu.. Perhatian khusus telah dipusatkan untuk senyawa beracun yang terus-menerus dicurigai memiliki sifat mutagenik atau karsinogenik. Konsentrasi logam tersebut disumber air umumnya sangat rendah yaitu kurang dari 1 mg per ml air. Diperlukan teknik enrichment. Ada dua teknik yang digunakan, yakni On-line Enrichment dan Off-line Enrichment . On-line Enrichment merupakan Teknik analisis dimana suatu sampel diinjeksikan kedalam suatu aliran pembawa yang dihubungkan dengan suatu sistem detektor (Ingerslev, *et al.*, 2003). Dan untuk Off-line Enrichment dilakukan sebelum pengukuran pada kolom kromatografi (Calero, *et al.*, 2005).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan pada penentuan logam Mg^{2+} dengan menggunakan metoda sistem pemekatan pada zeolit alam yang telah diaktivasi dengan HCl 1 M sebagai adsorben, dapat diperoleh hasil sebagai berikut ini :

1. Adsorpsi ion Mg^{2+} optimum pada konsentrasi 10 ppm dan kapasitas serapan maksimum zeolit alam teraktivasi adalah 0,0566 mg/g.
2. Afinitas pada ion logam Mg^{2+} zeolit alam teraktivasi adalah 0,8322 mg/g.
3. Hasil pemekatan Ion Logam Mg^{2+} menggunakan metoda sistem pemekatan optimum pada eluen HCl 0,1 M dengan faktor pemekatan adalah 3,8 kali.
4. Aplikasi sistem pemekatan ion logam Mg^{2+} pada sampel pocari sweat pada pemekatan 4 kali adalah 16,2739

5.2 Saran

Meskipun metoda ekstraksi fasa padat cukup efektif dalam memekatkan konsentrasi logam Mg^{2+} dalam sampel minuman isotonik menggunakan zeolit alam yang telah diaktivasi dengan HCl 0,1 M sebagai adsorben dengan faktor pemekatan 4 kali, tapi untuk hasil yang lebih baik disarankan untuk :

1. Perlunya dilakukan kajian dan optimasi lebih lanjut pada berbagai penentuan cemaran logam berat menggunakan metode *Solid Phase Extraction* (SPE) seperti optimasi penggunaan larutan asam yang akan digunakan untuk mendesorpsi
2. Sebaiknya harus menggunakan sampel yang hanya mengandung kation yang diinginkan agar tidak ada ion lain yang mengganggu pemekatan, sehingga diperoleh pemekatan yang sesuai.

KEPUSTAKAAN

- Adamson, A. W. 1990. *Physical Chemistry of Surface*. Fifth Edition. Newyork
John Wiley and Sons, Inc.
- Agustiningtyas, Zurida. 2012. *Optomasi Adsorpsi Ion Pb (II) Menggunakan Zeolit
Alam Termodifikasi Ditizon*. Skripsi. Bogor : Institut Pertanian Bogor
- Atkins, P. W, 1989. *Physical Chemistry*. 4th ed. New York: W.H. Freeman.
- Amin M., Lim L. W & Takeuchi T. Determination of common inorganic anions
and cations by non-suppressed ion chromatography with column switching.
Journal of Chromatography A 2008; 1182 (2) 169-175.
- Barrer, R M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolite*. London. Academic Press.
- Calero, V. Ruizo, and M.T. Galceran. 2005. Ion chromatographic separations of
phosphorus species: a review. *Talanta*. 66 (2005) 376–410
- Cheetam, D., A., 1992, *Solid State Compound*, Oxford university press, 234-237
- Handayani, Murni dan Eko Sulistiyono. 2009. Uji Persamaan Langmuir dan
Freundlich pada Penyerapan Limbah Chrom (Vi) Oleh Zeolit. *Prosiding
Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*. ResearchGate
- Hirata, Shizuko, Kazuto Honda, Takahiro Kumamaru. 1989. Trace Metal
Enrichment by Automated On-Line Column Preconcentration for flow-
injektion Atomic Absorption Spectrometry. *Analytical Chemica Acta*. 221
(1989) 65-67