



Kombinasi Adsorben Biji Kelor - Zeolit Alam Lampung untuk Meningkatkan Efektivitas Penjerapan Logam Pb dalam Air secara Kontinu pada Kolom *Fixed Bed Adsorber*

Simparmin Br. Ginting*, Sebastian Djoni Syukur, dan Yeni Yulia
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung, 35145

*Alamat korespondensi: simparmin@gmail.com

Submisi: 21 Maret 2017; Penerimaan: 28 April 2017

ABSTRACT

The mixture of adsorbents of moringa seed (BK) and natural zeolite of Lampung (ZAL) is placed in a fixed bed adsorber column arranged at a certain height according to the designed height ratio. BK is processed by extraction to remove its oil content while ZAL is activated by chemical and physical treatments. Composition ratio of BK-ZAL (cm/cm) was varied i.e.1:1, 1:2 and 1:3 and concentrations of Pb entering adsorber were 1 ppm and 2 ppm. The adsorption conditions were 20-35 mesh of adsorbent size, 4 cm column diameter of adsorber, 5 cm bed height, and 8 liters/3 hours flowrate. Upflow adsorption was performed in the fixed bed adsorption column for 3 hours and Pb solution of the adsorber output was taken at every 30 minutes. Analysis of Pb content was performed by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The BK Adsorbent before and after extracted, and after adsorption were characterized using Fourier Transmission Infra Red (FTIR). ZAL before and after activation were characterized using X-Ray Diffraction (XRD), X-Ray Fluorescence (XRF), and Fourier Transmission Infra Red (FTIR). The characterization results of XRD, XRF and FTIR showed that the crystalline phases of ZAL increased, the activation process of ZAL only caused a shift in the peak, no significant change in the structure of solids, and the content of impurities in ZAL reduced after activation, thereby enhancing its ability to adsorb Pb. AAS analysis results showed that the best combination adsorbent BK-ZAL (cm/cm) was 1: 2 with the highest effectiveness of the entrapment of Pb metal reached 99.90%. The adsorption capacity of adsorbent was 2.25 mg Pb/ gram adsorbent as calculated using Freundlich equilibrium model.

Keywords: moringa seeds, natural Lampung zeolite, Pb metal, extraction, activation, adsorption

ABSTRAK

Kombinasi adsorben yang terdiri dari biji kelor (BK) dan zeolit alam Lampung (ZAL) ditempatkan di dalam kolom adsorber unggun tetap yang disusun pada ketinggian tertentu sesuai rasio tinggi yang dirancang. Adsorben BK diekstraksi untuk mengeluarkan kandungan minyaknya dan ZAL diaktivasi secara kimia dan fisika. Variasi rasio tinggi komposisi BK-ZAL (cm/cm) di dalam kolom dilakukan pada kisaran 1:1, 1:2, dan 1:3. Variasi konsentrasi larutan Pb masuk *adsorber* adalah 1 ppm dan 2 ppm. Ukuran partikel adsorben yang digunakan sebesar 20-35 mesh, diameter kolom adsorpsi 4 cm, tinggi unggun 5 cm, dan laju alir larutan Pb 8 liter per 3 jam. Proses adsorpsi dilakukan secara *upflow* pada kolom adsorpsi dengan unggun tetap selama 3 jam dan larutan Pb keluaran *adsorber* diambil setiap 30 menit untuk dianalisis dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Adsorben BK sebelum dan setelah diekstrak, serta setelah proses adsorpsi dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR). Adsorben ZAL sebelum dan setelah diaktivasi dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR). Hasil karakterisasi XRD, XRF, dan FTIR menunjukkan bahwa fase kristalin ZAL bertambah, proses aktivasi ZAL hanya menyebabkan pergeseran puncak yang muncul, tidak terjadi perubahan struktur padatan secara signifikan, dan kandungan zat pengotor pada ZAL turun setelah diaktivasi sehingga meningkatkan kemampuan untuk menyerap logam Pb. Hasil analisis AAS menunjukkan kombinasi adsorben BK-ZAL (cm/cm) terbaik yaitu 1:2 dengan efektivitas penjerapan logam Pb tertinggi mencapai 99.90%. Hasil perhitungan kapasitas adsorpsi adsorben adalah 2.25 mg Pb/ gram adsorben yang dihitung dengan menggunakan persamaan adsorpsi Freundlich.

Kata kunci: Biji Kelor , Zeolit Alam Lampung , logam Pb, ekstraksi, aktivasi, adsorpsi.

1. Pendahuluan

Saat ini pengelolaan sumber daya air yang ada di Provinsi Lampung belum maksimal. Hal ini terjadi karena masih adanya Daerah Aliran Sungai (DAS) dan irigasi yang ada di Provinsi Lampung dalam kondisi kritis dan belum dimanfaatkan. Keadaan ini menjadi semakin parah dengan adanya pencemaran lingkungan oleh limbah industri maupun limbah rumah tangga yang berada di Provinsi Lampung. Hal ini dibuktikan dengan tingginya kadar logam Pb di perairan Teluk Lampung yaitu 0.032 ppm (Muara Way Lunik) dan 0.0012 ppm (Muara Way Belau) (Tugiyono, 2007). Sedangkan air di Sungai Belau, Teluk Lampung memiliki kadar timbal rata-rata 0.012 ppm (Sembel, 2012).

Berdasarkan data yang ditunjukkan maka air yang dikonsumsi masyarakat Lampung tidak memenuhi persyaratan Permenkes RI No. 492/MENKES/PER/IV/2010 yaitu 0.01 ppm

untuk kandungan maksimum Pb. Sebagai upaya untuk menurunkan kandungan logam Pb dalam air, adsorben yang mampu menyerap logam Pb tersebut diperlukan. Beberapa alternatif adsorben yang dapat digunakan antara lain karbon aktif (Suyanta dkk., 2015), eceng gondok (Tangio, 2013), kitosan (Sanjaya dan Leny, 2007), BK (Umar dan Syarifuddin, 2014), dan ZAL (Saryati dkk., 2010).

Penelitian ini dilakukan untuk mengombinasikan kelebihan adsorben BK dan ZAL sebagai adsorben dengan menempatkan BK dan ZAL sekaligus dalam satu kolom *adsorber* dengan unggun tetap yang disusun pada rasio tinggi tertentu. Adsorben BK memiliki efisiensi logam Pb yang tinggi dan mampu menurunkan jumlah bakteri yang terkandung dalam air, namun hanya dapat dilakukan dalam skala kecil. Di samping itu air yang diolah menggunakan adsorben BK tidak tahan lama dan berbau.

Adsorben ZAL terkenal ampuh dijadikan adsorben logam Pb untuk mengatasi pencemaran lingkungan dan mampu menyerap bau dalam air (Emelda dkk., 2013). Studi ini memaparkan kemampuan kombinasi adsorben BK dan ZAL untuk meningkatkan efektivitas penyerapan logam Pb dalam air.

2. Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu ekstraktor *soxhlet*, gilingan porselen, ayakan, oven/ *furnace*, kolom adsorber berupa pipa berdiameter 4 cm sepanjang 5 cm, dan pompa peristaltik (Gambar 1).

Sedangkan bahan adsorben yang digunakan adalah BK dari daerah Way Halim, Bandar Lampung dan ZAL dari CV. Minatama Bandar Lampung. Kemudian larutan H_2SO_4 (*Pro Analysis*) 0.15 N, n-Hexane (teknis), senyawa $Pb(NO_3)_2$ didapatkan dari PT Merck dan aquades dari PT Bratachem.

2.2 Prosedur Penelitian

1) Preparasi dan Ekstraksi BK

Adsorben BK yang sudah tua dikupas kulitnya, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu $\pm 105^\circ C$ sampai beratnya konstan untuk mengurangi kandungan air dalam biji dan mempermudah dalam proses penghancuran. Biji kelor kering ditumbuk dan diayak sehingga ukurannya 20-35 mesh, kemudian dibungkus dengan kertas saring sebanyak 50 gram dan dimasukkan ke dalam *soxhlet* untuk diekstraksi minyaknya dengan n-hexane sebanyak 400 ml. Ekstraksi dilakukan selama 120 menit, kemudian BK dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu $105^\circ C$ sampai diperoleh berat konstan kemudian disimpan dalam desikator.

2) Preparasi dan aktivasi ZAL

ZAL dihaluskan dan diayak sehingga didapatkan ukuran partikelnya 20-35 mesh. ZAL kemudian dicampur dengan aktivator H_2SO_4 0.15 N dengan rasio 1 gr ZAL/10 ml larutan H_2SO_4 selama 3 jam sambil diaduk. Adsorben ZAL kemudian dipisahkan menggunakan kertas saring dan dicuci dengan

aquades sebanyak 3 kali. Selanjutnya ZAL dikeringkan di dalam oven pada suhu $105^\circ C$ selama 3 jam. ZAL kemudian disimpan dalam desikator.

3) Pembuatan Larutan Pb

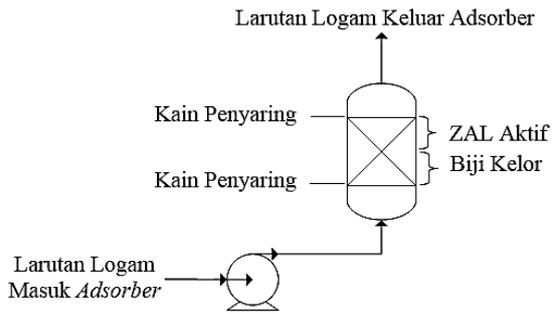
Sebanyak 0.4 gram senyawa $Pb(NO_3)_2$ dilarutkan dalam 100 ml aquades untuk mendapatkan larutan induk 2500 ppm. Kemudian larutan induk 2500 ppm dipipet sebanyak 10 ml lalu dimasukkan ke dalam aquades 25 L sehingga didapat larutan Pb dengan konsentrasi 1 ppm. Untuk membuat larutan Pb 2 ppm sebanyak 25 L caranya sama dengan sebelumnya namun menggunakan senyawa $Pb(NO_3)_2$ sebanyak 0.8 gram.

4) Tahap Adsorpsi dan Analisis AAS

Adsorben BK dan ZAL dimasukkan ke dalam kolom adsorpsi berdiameter 4 cm dan tinggi unggun 5 cm dengan rasio BK-ZAL (cm/cm) 1:1, 1:2, dan 1:3 masing-masing sebanyak 2 kolom untuk variasi konsentrasi larutan Pb 1 dan 2 ppm. Larutan Pb dipompa ke dalam kolom unggun tetap secara *upflow* dengan laju alir 8 liter/3 jam. Larutan Pb akan kontak dengan bahan isian BK terlebih dahulu kemudian dengan ZAL. Proses adsorpsi dilakukan selama 3 jam dan pengambilan sampel larutan keluaran *adsorber* dilakukan setiap 30 menit. Sampel dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi Pb dalam larutan.

5) Karakterisasi Adsorben BK dan ZAL

Adsorben BK sebelum dan sesudah diekstrak, serta setelah proses adsorpsi dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk melihat perubahan struktur BK. Adsorben ZAL sebelum dan setelah diaktivasi, serta setelah proses adsorpsi dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mendeteksi perubahan molekul-molekul diatomik sehingga terlihat perubahan struktur ZAL (Sunardi, 2005), XRD untuk melihat perubahan struktur kristal ZAL dan XRF untuk mengetahui perubahan komposisi komponen penyusun ZAL.



Gambar 1. Skema Kolom Adsorber Unggun Tetap

6) Perhitungan Efektivitas Penjerapan Logam Pb oleh Adsorben

Efektivitas penjerapan logam Pb oleh adsorben ditentukan dengan menggunakan persamaan 1. :

$$\text{Efektivitas Penjerapan} = \frac{(A - B)}{A} \times 100\% \quad (1)$$

dengan

A : konsentrasi larutan Pb masuk kolom adsorber (ppm)

B : konsentrasi larutan Pb keluar kolom adsorber (ppm)

2.3 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi

Penentuan model isoterm adsorpsi dilakukan dengan menggunakan metode regresi linear terhadap persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich.

1) Persamaan Freundlich

Bentuk logaritmik persamaan isoterm Freundlich menurut (Panneerselvam et al., 2009) dinyatakan pada Persamaan 2:

$$\log q_e = \log K + \frac{1}{n} \log C_e \quad (2)$$

q_e = jumlah adsorbat terserap per massa padatan pada kesetimbangan (mg/g),

C_e = konsentrasi larutan pada kesetimbangan (mg/L),

K = kapasitas adsorpsi relatif adsorben (mg/g),

$\frac{1}{n}$ = konstanta indikatif yang menunjukkan intensitas proses adsorpsi.

Bila dibuat kurva $\log q_e$ terhadap $\log C_e$ akan diperoleh persamaan linear dengan intersep $\log K$ dan kemiringan $1/n$, sehingga nilai K dan n dapat dihitung.

2) Persamaan Langmuir

Menurut (Panneerselvam et al., 2009) persamaan isoterm Langmuir dapat ditulis seperti Persamaan 3, 4, dan 5:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_o b} + \frac{C_e}{Q_o} \quad (3)$$

$$q_e = \frac{a \cdot C}{1 + b \cdot C} \quad (4)$$

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{a} + \frac{b}{a} C \quad (5)$$

Q_o = kapasitas adsorpsi lapisan tunggal (mg/g)

C = konsentrasi zat

a, b = konstanta yang berhubungan dengan energi adsorpsi.

Dengan membuat kurva C_e/q_e terhadap C akan diperoleh persamaan linear dengan intersep $1/a$ dan kemiringan (b/a) , sehingga nilai a dan b dapat dihitung, dari besar kecilnya nilai a dan b menunjukkan kapasitas adsorpsi.

Hasil pengaluran linear $\log q_e$ terhadap $\log C_e$ (model Freundlich) dan $1/q_e$ terhadap $1/C_e$ (model Langmuir) akan diperoleh nilai koefisien korelasi (R^2) yang menunjukkan kecenderungan pemilihan model isoterm yang sesuai untuk adsorpsi yang terjadi.

3. Hasil dan Pembahasan

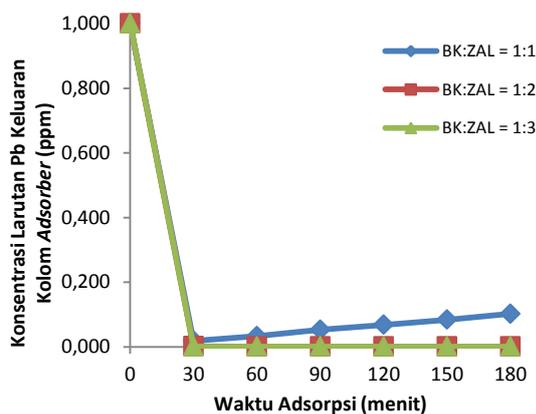
Hasil analisis AAS dari larutan keluaran kolom adsorber unggun tetap ditunjukkan pada Gambar 2 dan 3. Dari Gambar 2, pada waktu adsorpsi 30 menit pertama, konsentrasi larutan logam Pb keluaran kolom adsorber turun drastis menjadi 0.019 ppm {rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:1}; 0.002 ppm {rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:2}; dan 0.001 ppm {rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:3}.

Penurunan konsentrasi larutan logam Pb keluaran kolom adsorber yang sangat tajam pada waktu adsorpsi 30 menit pertama dikarenakan adanya *driving force* yang sangat tinggi. *Driving force* tersebut berupa perbedaan konsentrasi larutan logam Pb masuk kolom adsorber dengan konsentrasi Pb yang ada pada permukaan adsorben. *Driving force* yang tinggi menyebabkan transfer massa Pb yang tinggi dari larutan logam menuju adsorben BK-ZAL. Adsorben BK mengandung kandungan protein

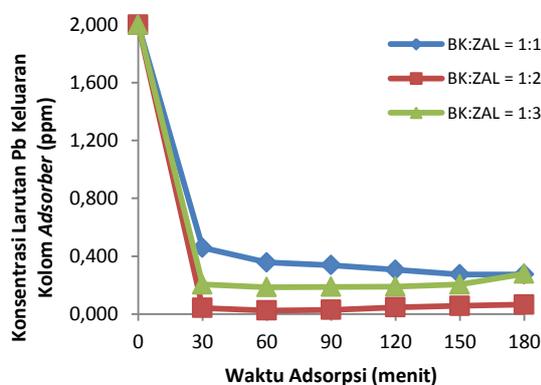
kationik yang tinggi dan adanya bahan aktif *4-alfa-4-rhamnopyranosyloxy benzyl isothiocyante*. Keberadaan zat aktif ini mampu mengadsorpsi dan menetralsir partikel-partikel lumpur maupun logam berat (Pandia dan Husin, 2005) serta mengurangi bakteri-bakteri berbahaya dalam air (Umar, 2014).

Serbuk kelor mengandung ion negatif sehingga bersifat seperti magnet dan akan menarik ion positif dan terjadi ikatan antara ion-ion tersebut. Ikatan yang terjadi adalah ikatan logam dan tidak menghasilkan zat baru.

Pada ZAL, transfer massa Pb terjadi dari larutan logam menuju pusat aktif ZAL melewati permukaan ZAL. Hal ini disebabkan adanya mekanisme pertukaran kation antara ion positif pada ZAL dengan ion Pb^{2+} yang terdapat pada larutan logam.



Gambar 2. Hubungan Konsentrasi Larutan Pb Keluaran Adsorber terhadap Waktu Adsorpsi Konsentrasi Larutan Pb masuk Adsorber 1 ppm.



Gambar 3. Hubungan Konsentrasi Larutan Pb Keluaran Kolom Adsorber terhadap Waktu Adsorpsi Konsentrasi Larutan Pb masuk Kolom Adsorber 2 ppm.

H-ZAL terbentuk ketika ZAL diaktivasi dengan larutan H_2SO_4 karena ion positif ZAL larut dalam larutan H_2SO_4 dan secara langsung digantikan oleh ion H^+ . Saat ZAL aktif dikontakkan dengan larutan logam Pb, maka ion H^+ pada ZAL akan lepas dan digantikan oleh ion Pb^{2+} . Hal ini yang menyebabkan ZAL aktif dapat digunakan untuk menyerap logam Pb dalam air.

Gambar 2 dan 3 menunjukkan bahwa efektivitas penjerapan terbesar berada pada waktu adsorpsi 30 menit pertama. Pada rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:1, setelah waktu adsorpsi 30 menit konsentrasi larutan logam Pb keluaran kolom adsorber cenderung meningkat seiring dengan waktu. Hal ini mengindikasikan berkurangnya kemampuan penjerapan oleh adsorben BK-ZAL karena pada tahap ini mulai terjadi kesetimbangan antara konsentrasi Pb pada larutan logam dengan konsentrasi Pb pada permukaan adsorben dikarenakan telah terisinya situs aktif yang kosong pada permukaan adsorben BK (ion negatif telah menarik ion positif, Pb membentuk ikatan logam) dan ZAL (ekuivalen dengan jumlah ion H^+ yang telah dipertukarkan oleh ion Pb di dalam struktur ZAL). Meskipun masih ada sisi aktif kosong yang tersisa namun sulit untuk ditempati molekul Pb karena adanya gaya tolak menolak antara molekul Pb di permukaan adsorben (Malarvizhi et al., 2013) sehingga menyebabkan terjadi penurunan transfer massa Pb dari larutan menuju permukaan adsorben. Sedangkan pada rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:2 dan 1:3 setelah 30 menit masih terjadi penjerapan logam Pb yang ditunjukkan dengan masih adanya penurunan konsentrasi larutan logam keluaran kolom adsorber. Hal ini dapat dijelaskan karena pada tahap ini belum terjadi kesetimbangan antara konsentrasi Pb pada larutan logam dengan konsentrasi Pb pada permukaan adsorben dikarenakan masih terdapat situs aktif yang kosong pada permukaan BK-ZAL yang masih bisa ditempati oleh molekul Pb sehingga transfer massa Pb dari larutan menuju permukaan adsorben masih terus berlangsung.

Pada Tabel 1, efektivitas penjerapan logam Pb tertinggi pada kolom adsorber I dengan konsentrasi Pb awal 1 ppm adalah pada rasio adsorben BK:ZAL (cm/cm) = 1:2 dan 1:3.

Sedangkan pada rasio BK:ZAL (cm/cm) = 1:1, efektivitas penjerapan logam Pb mulai menurun setelah waktu adsorpsi 30 menit.

Tabel 2 menunjukkan bahwa efektivitas penjerapan logam Pb tertinggi ada pada rasio adsorben BK:ZAL (cm/cm) = 1:2. Dari Tabel 1 dan Tabel 2, kesimpulan yang dapat diambil adalah bahwa rasio adsorben BK:ZAL (cm/cm) = 1:2 adalah rasio adsorben yang paling tepat untuk digunakan pada kolom *adsorber* untuk menjerap logam Pb dalam air karena memberikan efektivitas penjerapan yang paling tinggi.

Diameter pori-pori ZAL berkisar antara 2.0 hingga 4.3 Å. Pori-pori tersebut memiliki luas total yang sangat besar, satu gram zeolit luas permukaan pori-porinya ekuivalen dengan 40 meter persegi. Pori-pori inilah yang menyebabkan zeolit memiliki kemampuan untuk menjerap molekul gas (berbau).

Tabel 1. Efektivitas Penjerapan Logam Pb pada Kolom Adsorber I dengan Konsentrasi Larutan Logam Pbawal 1 ppm

Waktu Adsorpsi (menit)	Efektivitas Penjerapan (%)		
	BK: ZAL = 1:1	BK: ZAL = 1:2	BK: ZAL = 1:3
0	0	0	0
30	98.13	99.81	99.90
60	96.71	99.90	99.90
90	94.70	99.90	99.90
120	93.20	99.90	99.90
150	91.62	99.90	99.90
180	89.79	99.90	99.90

Tabel 2. Efektivitas Penjerapan Logam Pb pada Kolom Adsorber II dengan Konsentrasi Larutan Logam Pbawal 2 ppm

Waktu Adsorpsi (menit)	Efektivitas Penjerapan (%)		
	BK: ZAL = 1:1	BK: ZAL = 1:2	BK: ZAL = 1:3
0	0	0	0
30	77.09	97.88	89.80
60	82.17	98.81	90.72
90	83.10	98.58	90.60
120	84.71	97.65	90.49
150	86.33	97.19	89.80
180	86.33	96.75	86.10

Zeolit mampu menjerap molekul gas hingga 30% dari bobot keringnya (Goenadi, 2004) sehingga adsorben ZAL mampu mengatasi

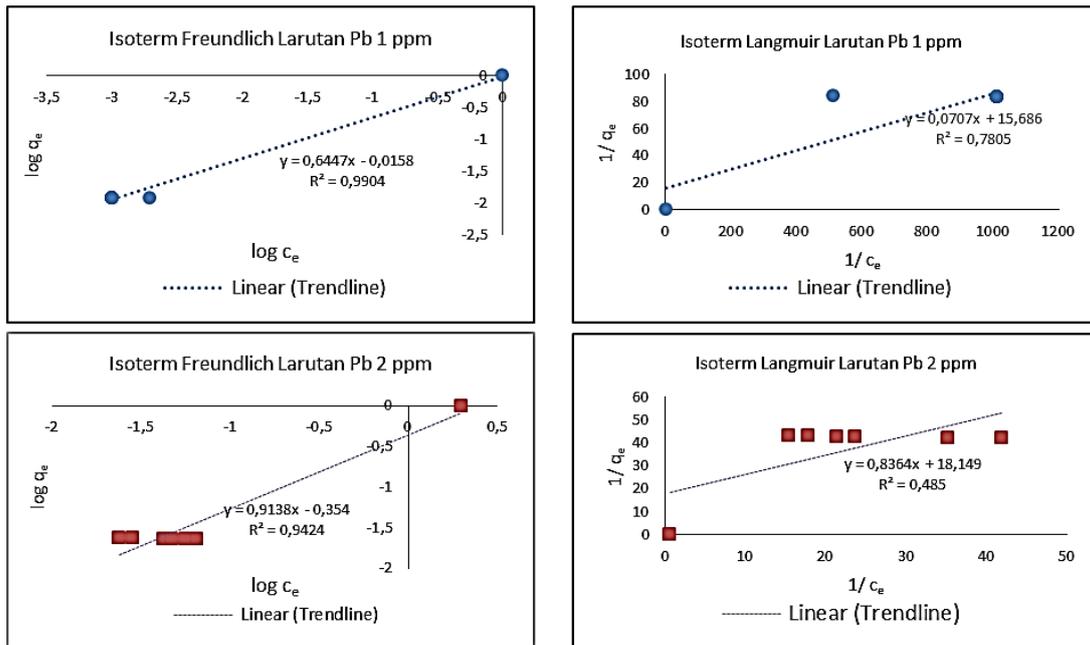
kekurangan dari adsorben BK. Namun tampak adanya sedikit minyak yang bercampur dengan larutan logam tersebut. Adanya minyak pada larutan logam Pb keluaran kolom adsorber diduga masih adanya kandungan minyak yang tertinggal dalam BK. Minyak tersebut tidak dapat dihilangkan dari larutan Pb yang melewati unggun ZAL dikarenakan ZAL dengan rasio Si/Al 3.87 bersifat hidrofilik sehingga tidak suka pada minyak.

Berdasarkan Tabel 3 dapat dilihat bahwa adsorpsi yang berlangsung mempunyai nilai korelasi (R^2) yang cukup tinggi untuk persamaan Freundlich. Menurut Kundari & Wiyuniati (2008) untuk menentukan apakah data hasil percobaan mengikuti model kesetimbangan Langmuir atau Freundlich, maka dapat ditentukan dari nilai koefisien relasi (R^2). Jika pada plot data kurva linear nilai R^2 mendekati 1, maka data percobaan mengikuti model kesetimbangan tersebut.

Tabel 3 menunjukkan bahwa pada umumnya adsorpsi yang berlangsung mempunyai nilai korelasi (R^2) yang tinggi untuk persamaan Freundlich, yaitu $R^2=0,99$ untuk larutan Pb 1 ppm dan $R=0,94$ untuk larutan Pb 2 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi ion logam Pb dengan adsorben pada percobaan ini mengikuti model kesetimbangan Freundlich.

Oleh karena itu, penentuan kapasitas adsorpsi maksimum adsorben pada proses logam Pb dihitung dengan menggunakan persamaan adsorpsi Freundlich pada setiap permukaan adsorben dalam satuan mg ion logam Pb yang teradsorpsi/gram adsorben. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum adalah 2.25 mg Pb/gram adsorben.

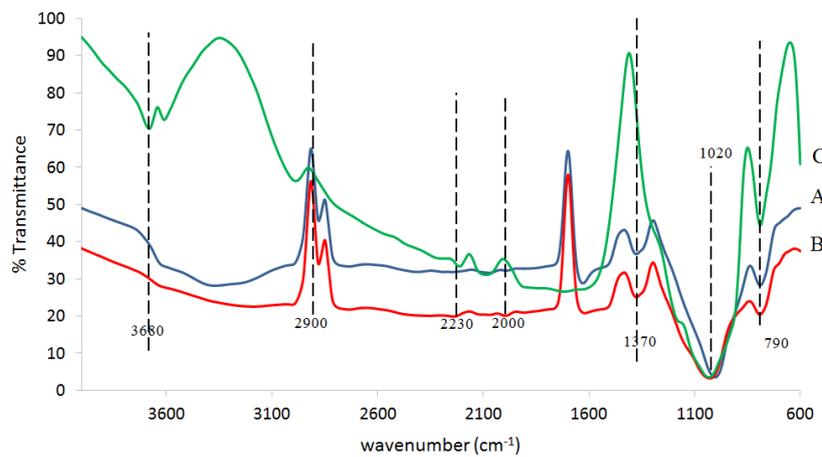
Gambar 5 menunjukkan bahwa struktur ZAL tidak rusak setelah ZAL diaktifkan secara kimia dan fisika. Hal ini dibuktikan dengan bentuk grafik pada hasil analisis FTIR untuk ZAL sebelum dan sesudah diaktivasi cukup identik. Spektra FTIR menunjukkan bahwa terjadi perubahan pada bilangan gelombang 3400-3100 cm^{-1} . Pada serapan 3400-3100 cm^{-1} terjadi pengurangan intensitas akibat aktivasi ZAL oleh H_2SO_4 0.15 N.



Gambar 4. Linier Plot untuk Penentuan Konstanta Adsorpsi dengan dengan Model Kesetimbangan Freundlich dan Langmuir

Tabel 3. Hasil Pengaluran Linear terhadap Persamaan Isoterm Freundlich dan Langmuir

Konsentrasi Larutan Pb masuk Kolom Adsorber	Konstanta Freundlich				Konstanta Langmuir			
	Persamaan Linear	K	n	R ²	Persamaan Linear	a	b	R ²
1 ppm	$0.17x - 4.3 \cdot 10^{-3}$	1.04	1.55	0.99	$2.8 \cdot 10^{-3}x + 0.63$	14.14	221.87	0.78
2 ppm	$-0.20x - 0.51$	2.26	1.09	0.94	$-3.32 \cdot 10^{-3}x + 2.69$	1.20	21.70	0.51



Gambar 5. Spektrum FTIR ZAL Belum Aktif (A), ZAL Aktif (B), dan ZAL Setelah Adsorpsi (C)

Perlakuan asam menyebabkan hilangnya serapan vibrasi O-H pada struktur ZAL. Serapan tersebut mencerminkan gugus OH yang berada di luar kerangka ZAL. (Madejova, 2003) menyatakan bahwa perlakuan asam akan merusak struktur gugus OH di dalam mineral ZAL. Diperkirakan penurunan ini disebabkan karena melepasnya molekul air di dalam ZAL yang

terikat secara fisik. Hilangnya serapan ini membuktikan bahwa padatan ZAL telah bersih dari pengotor sehingga pori-pori ZAL akan lebih terbuka. Spektra FTIR menunjukkan terjadi perubahan intensitas pada bilangan gelombang 2878.29 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus silanol (Si-O-H) dalam kerangka ZAL dan lebar puncak menunjukkan gugus silanol yang semakin

banyak. Pada serapan 2247.14 cm^{-1} juga terjadi perubahan intensitas yaitu pada gugus Si-O. Serapan dari 2071.52 cm^{-1} turun menjadi 1995.32 cm^{-1} akibat perlakuan asam. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi pengurangan Al-O pada kerangka ZAL. Penurunan ini semakin memperkuat dugaan bahwa ada pengurangan intensitas molekul air di dalam ZAL tetapi tidak sampai menghilangkan semua molekul air di dalam ZAL. Serapan pada 791.30 cm^{-1} merupakan interpretasi adanya struktur pori terbuka pada ZAL. Hal ini menunjukkan H_2SO_4 mampu menghilangkan pengotor yang berada pada pori ZAL, menyebabkan pori ZAL menjadi bersih sehingga memperbesar luas permukaan kontak antara adsorbat dengan adsorben. Penjerapan ion Pb^{2+} oleh ZAL dapat terjadi karena adanya mekanisme pertukaran kation antara ZAL dengan ion Pb^{2+} yang terdapat pada larutan logam.

Ketika ZAL diaktivasi dengan larutan H_2SO_4 , ion-ion positif termasuk logam oksida (*impurities*) yang berada pada ZAL akan larut dalam larutan H_2SO_4 dan secara langsung digantikan oleh ion H^+ sehingga membentuk H-ZAL. Ikatan yang terjadi antara ZAL dengan ion H^+ adalah ikatan ionik dan bersifat tidak permanen sehingga mudah dipertukarkan oleh ion positif dari luar, yaitu ion Pb^{2+} . Saat ZAL aktif dikontakkan dengan larutan logam Pb, maka ion H^+ pada ZAL akan lepas dan digantikan oleh ion Pb^{2+} . Hal ini yang menyebabkan ZAL aktif dapat digunakan untuk menjerap logam Pb dalam air.

Gambar 6 menunjukkan adanya bilangan gelombang yang mencerminkan sifat kompleks BK. Spektrum FTIR menunjukkan bahwa BK sebelum proses adsorpsi memiliki bilangan gelombang yang tinggi pada 3000 cm^{-1} sedangkan pada BK setelah adsorpsi spektrum FTIR menjadi landai. Hal ini menunjukkan bahwa ion Pb^{2+} mempengaruhi struktur BK. Pada bilangan gelombang $2923.68\text{ cm}^{-1} - 2927.00\text{ cm}^{-1}$ tampak bahwa bilangan gelombang sebelum dan sesudah adsorpsi berbeda, hal ini dapat dikarenakan peregangan gugus fungsi C-H. Pada

bilangan gelombang 1641.49 cm^{-1} ada pemanjangan puncak dikarenakan peregangan gugus fungsi C=O asam karboksilat. Bilangan gelombang pada 1641.27 cm^{-1} naik menjadi 1641.49 cm^{-1} dan 1233.94 cm^{-1} naik menjadi 1235.37 cm^{-1} menunjukkan adanya peregangan gugus fungsi C-O.

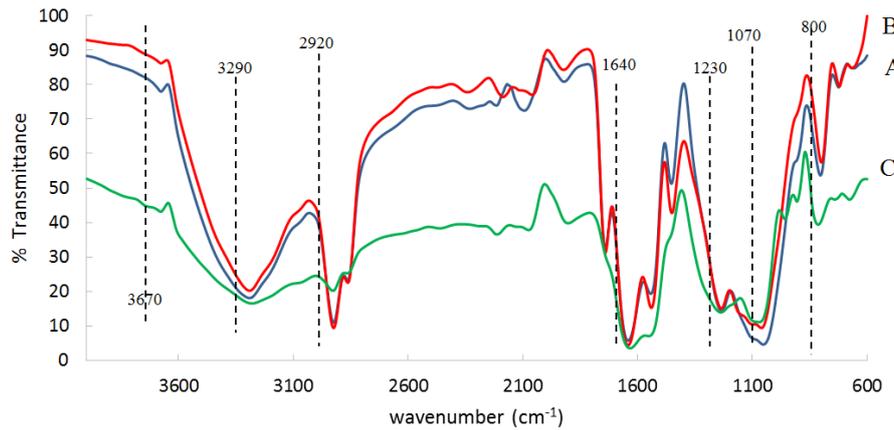
Tabel 3. Hasil Analisis FTIR ZAL Non Aktif, ZAL Aktif, dan ZAL Setelah Proses Adsorpsi

Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
ZAL Non Aktif	ZAL Aktif	ZAL Setelah Adsorpsi	Interpretasi Gugus Fungsi
3369.26	3186.36	3679.72	OH
2878.29	2878.34	2986.72	Si-OH
2247.14	2239.35	2211.93	Si-O
2071.52	1995.32	2084.95	Al-O
1376.09	1376.12	1716.44	K-O
1002.48	1027.94	1032.04	Na-O
790.08	791.30	789.15	Pori Terbuka

Tabel 4. Hasil Analisis FTIR BK Belum Diekstrak, BK Sudah Diekstrak, dan BK Setelah Adsorpsi

Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
BK Belum Diekstrak	BK Sudah Diekstrak	BK Setelah Adsorpsi	Interpretasi Gugus Fungsi
3675.55	3672.00	3676.85	O-H
3290.34	3290.04	3279.61	O-H
2923.68	2923.69	2927.00	C-H
1641.27	1641.49	1632.51	C-O
1233.94	1235.37	1237.30	C-O
1092.20	1050.00	1070.05	C-O
802.00	799.23	813.25	C-C

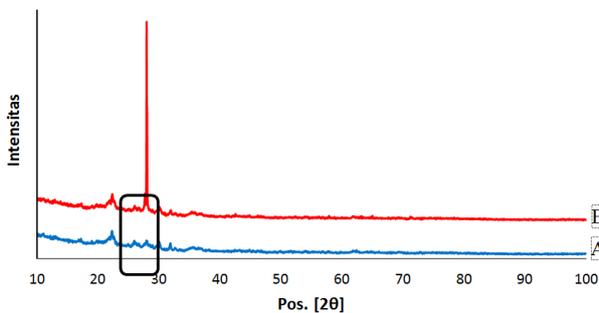
Bilangan gelombang pada 1632.51 cm^{-1} juga mengalami pemanjangan dan mungkin dikarenakan pembengkokan gugus N=O. Perubahan lain dari komposisi alami BK yaitu adanya puncak pada bilangan gelombang 958.33 cm^{-1} ; 905.82 cm^{-1} , dan 813.25 cm^{-1} . Pergeseran berulang yang dikarenakan peregangan C-O memberikan kesan bahwa C-O mungkin merupakan gugus fungsi yang mengikat dan bereaksi dengan Pb. Sebagai tambahan, dapat dikatakan bahwa pergeseran dalam bilangan gelombang secara umum dapat diindikasikan akibat adanya proses pengikatan Pb di permukaan BK (Ali, 2015).



Gambar 6. Spektrum FTIR BK Non Diekstrak (A), BK Setelah Diekstrak (B), dan BK Setelah Proses Adsorpsi (C)

Tabel 5. Intensitas Puncak Klinoptilolit Difraktogram XRD ZAL Non Aktif dan ZAL Aktif

Posisi 2θ (°)	Intensitas (%)	
	ZAL Non Aktif	ZAL Aktif
11.14	89.68	12.97
22.34	100.00	14.62
25.96	63.27	8.42
28.01	62.47	100.00
29.99	63.35	8.54
35.63	40.66	5.54



Gambar 7. Pola XRD ZAL Non Aktif (A) dan ZAL Aktif (B)

Hasil analisis XRD dapat dilihat pada Gambar 7 dan Tabel 5. Posisi sudut difraksi (2θ) dan jarak bidang akan menggambarkan jenis kristal. Gambar 7 menunjukkan bahwa mineral penyusun utama ZAL adalah mineral klinoptilolit yang ditunjukkan referensi pada daerah 2θ = 11.14; 22.34; 25.96; 28.01; 29.99; dan 35.63. Pada 2θ = 28.01; Referensi ZAL aktif mencapai 100%; sedangkan pada 2θ yang sama pada ZAL non aktif hanya 62.47%. Tingginya puncak klinoptilolit pada ZAL aktif menunjukkan fase kristalin pada ZAL bertambah dengan adanya proses aktivasi. Fase kristalin

ditunjukkan oleh puncak-puncak (*peak*) difraksi sebagaimana disajikan oleh Gambar 7.

Sementara itu, fase amorf ditandai oleh adanya gundukan (*hump*) pada difraktogram (Londar dkk, 2010). Secara keseluruhan pada ZAL teraktivasi maupun belum teraktivasi, masih didominasi oleh fase amorf yang dapat dilihat pada baseline difraktogram yang masih lebar. Berdasarkan data pada Tabel 5, proses aktivasi pada ZAL tidak mengubah struktur ZAL melainkan hanya menambah fase kristalin ZAL. Adsorben ZAL dengan fase kristalin yang banyak sangat cocok digunakan sebagai adsorben karena dibutuhkan struktur ZAL yang kuat agar tidak hancur ketika diaktivasi dengan larutan H₂SO₄ sehingga efektivitas penyerapan logam Pb meningkat.

Tabel 6. Hasil Analisis XRF ZAL Non Aktif dan ZAL Aktif

No	Senyawa	Konsentrasi (% berat)	
		ZAL Non Aktif	ZAL Aktif
1	Al ₂ O ₃	15.815	17.075
2	SiO ₂	79.046	77.952
3	K ₂ O	1.813	1.198
4	CaO	1.401	1.149
5	MnO	0.018	0.018
6	Fe ₂ O ₃	1.157	1.056
7	Rb ₂ O	0.008	0.005
8	SrO	0.024	0.019
9	Y ₂ O ₃	0.002	0.001
10	ZrO ₂	0.013	0.009
11	Ag ₂ O	0.184	0.088
12	BaO	0.045	0.030
13	Eu ₂ O ₃	0.009	0.009
14	Cl	0.014	0.003

Tabel 6 menunjukkan bahwa kandungan zat pengotor pada ZAL (berupa logam oksida) turun setelah diaktivasi menggunakan larutan H_2SO_4 0,15N. Turunnya zat pengotor pada ZAL akan meningkatkan kemampuan ZAL tersebut untuk menjerap logam Pb dalam air. Hal ini disebabkan pusat aktif pada ZAL yang berfungsi untuk menjerap logam akan semakin banyak sehingga luas kontak ZAL dengan logam Pb tentu akan bertambah. Pada hasil analisis XRF, dapat dilihat bahwa kandungan Si/Al dalam ZAL sebelum aktivasi adalah 4,24 sedangkan kandungan Si/Al dalam ZAL setelah aktivasi turun menjadi 3,87. Penurunan kandungan Si/Al akan meningkatkan kemampuan ZAL untuk menjerap logam Pb. Hal ini disebabkan kemampuan penjerapan logam Pb oleh ZAL akan meningkat seiring dengan peningkatan kandungan alumina dalam ZAL. Oleh karena itu, ZAL aktif sangat cocok digunakan sebagai adsorben logam Pb.

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, disimpulkan bahwa kombinasi adsorben terbaik pada kolom *adsorber* 1 dan 2 yaitu adsorben dengan rasio tinggi tumpukan BK:ZAL (cm/cm) sebesar = 1:2, dengan efektivitas penjerapan pada kolom *adsorber* I sebesar = 99.90% dan pada kolom *adsorber* II sebesar = 96.75%. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa proses adsorpsi ion logam Pb oleh adsorben pada percobaan ini mengikuti model kesetimbangan Freundlich dengan kapasitas adsorpsi maksimum adalah 2.25 mg Pb/ gram adsorben.

Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa struktur ZAL tidak rusak setelah ZAL diaktifkan secara kimia dan fisika. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa proses aktivasi ZAL menyebabkan fase kristalin pada ZAL bertambah sehingga struktur ZAL tersebut cocok digunakan sebagai adsorben logam dalam air karena dibutuhkan struktur ZAL yang kuat agar tidak hancur ketika diaktivasi menggunakan larutan H_2SO_4 . Hasil analisis XRF menunjukkan bahwa kandungan zat pengotor pada ZAL (berupa logam oksida) dan kandungan Si/Al

pada ZAL turun setelah diaktivasi menggunakan larutan H_2SO_4 0.15 N. Turunnya zat pengotor dan kandungan Si/Al pada ZAL akan meningkatkan kemampuan ZAL tersebut untuk menjerap logam Pb dalam air.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi yang telah memberi dukungan finansial terhadap penelitian ini melalui Program Kreativitas Mahasiswa-Penelitian (PKM-P) Tahun 2015 Pendanaan Tahun 2016.

6. Daftar Pustaka

- Ali, Eman N., Sabreen R.A., Mashita M.Y., and Md Lutfor R., 2015, Environmentally Friendly Biosorbent from Moringa Oleifera Leaves for Water Treatment, International Journal of Environmental Science and Development, ISSN: 2010-0264, Vol. 6, No. 3.
- Emelda, L., Suhardini M.P., dan Simparmin Br. G., 2013, Pemanfaatan Zeolit Alam Teraktivasi untuk Adsorpsi Logam Krom (Cr^{3+}), Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan, ISSN: 1412-5064, Vol. 9, No. 4, hlm. 166 - 172.
- Goenadi, Hadjar, D., 2004, Teknologi Pengolahan Zeolit Menjadi Bahan yang Memiliki Nilai Ekonomi Tinggi, Jurnal Zeolit Indonesia, ISSN: 1411-6723, Vol. 3, No. 1, hlm. 42 - 49.
- Kundari, N. A. dan Wiyuniati, S., 2008, Tinjauan Kesetimbangan Adsorpsi Tembaga dalam Limbah Pencuci PCB dengan Zeolit, Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir, Yogyakarta.
- Londar, E., Hamzah F., dan Nurul W., 2008, Pengaruh Karbon terhadap Pembentukan Zeolit dari Abu Dasar dengan Metode Hidrotermal Langsung, Jurnal Kimia ITS, hlm. 1-13.
- Malarvizhi, T.S., Santhi T., dan Manonmani S., 2013, Acid Treated Lignite Fired Fly Ash For

- The Removal of Zn (II) Ions from Aqueous Solution, *International Journal of Chemical Sciences and Applications*, ISSN 0976-2590, Vol. 4, Issue 2, pp 84-96.
- Pandia, S. dan Husin, A., 2005, Pengaruh Massa dan Ukuran Biji Kelor pada Proses Penjernihan Air, *Jurnal Teknologi Proses*, Vol. 4, No. 2.
- Panneerselvam, P., Bala, V.S.S., Thiruvengadaravi, K.V., Nandagopal, J., Palanichamy, M. & Sivanesan, S., 2009, The removal of copper ions from aqueous solution using phosphoric acid modified β -zeolites, *Indian Journal of Science and Technology*, Vol. 2, No. 2, hlm 63-66.
- Sanjaya, Indah dan Yuanita, L., 2007, Adsorpsi Pb (II) oleh Kitosan Hasil Isolasi Kitin Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla sp*), *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 8, No. 1, hlm. 30-36.
- Saryati, Supardi, Supandi S., dan Rohmad S., 2010, Penghilangan Logam Berat dalam Larutan dengan Zeolit Alam, *Jurnal Zeolit Indonesia*, Vol. 9, No. 1.
- Sembel, L., 2012, Analisis Beban Pencemar dan Kapasitas Asimilasi di Estuari Sungai Belau Teluk Lampung, *Maspari Journal*, Vol. 4, No. 2, hlm. 178-183.
- Suyanta, Kholid, H.I., dan Bambang S., 2015, Pemisahan Ion Logam Ca dan Fe dalam Air Sumur secara Kolom Adsorpsi dengan Zeolit Alam dan Karbon Aktif, *Jurnal Sains Dasar*, Vol. 4, No. 1, hlm. 87 – 91.
- Tangio, Julhim S., 2013, Adsorpsi Logam Timbal (Pb) dengan Menggunakan Biomassa Enceng Gondok (*Eichhorniacrassipes*), *Jurnal Entropi*, Vol. 8, No. 1.
- Tugiyono, 2007, Bioakumulasi Logam Hg dan Pb di Perairan Teluk Lampung, Propinsi Lampung, *Jurnal Sains MIPA*, ISSN: 1978-1873, Vol. 13, No. 1, hlm. 44 – 48.
- Umar, M. R., dan Liong S., 2014, Efektifitas Serbuk Biji Kelor *Moringa Oleifera Lamk* dalam Menurunkan Kadar Kadmium (Cd) Pada Air, *Jurnal Alam dan Lingkungan*, Vol. 5, No. 8.