

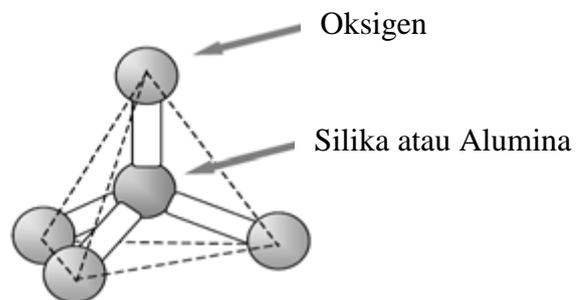
## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Zeolit

#### 1. Pengertian Zeolit

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Breck, 1974; Chetam, 1992; Scot *et al.*, 2003).

Umumnya, struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit  $\text{TO}_4$ , dimana T adalah ion  $\text{Si}^{4+}$  atau  $\text{Al}^{3+}$  dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 1.



**Gambar 1.** Struktur kimia zeolit (Haag, 1984)

Struktur zeolit memiliki rumus umum  $M_{x/n} [(AlO_2)_x(SiO_2)_y].wH_2O$ , dimana M adalah kation alkali atau alkali tanah, n adalah jumlah valensi kation, w adalah banyaknya molekul air per satuan unit sel, x dan y adalah angka total tetrahedral per satuan unit sel, dan nisbah y/x biasanya bernilai 1 sampai 5, meskipun ditemukan juga zeolit dengan nisbah y/x antara 10 sampai 100 (Bekkum *et al.*, 1991). Dewasa ini dikenal dua jenis zeolit, yakni zeolit alam dan zeolit sintetis, namun sekarang zeolit yang paling banyak digunakan adalah zeolit sintesis.

## 2. Zeolit Alam

Zeolit alam ditemukan dalam bentuk mineral dengan komposisi yang berbeda, terutama dalam nisbah Si/Al dan jenis logam yang menjadi komponen minor, seperti diperlihatkan dalam Tabel 1.

**Tabel 1.** Contoh zeolit alam yang umum ditemukan (Subagjo, 1993)

No.	Zeolit Alam	Komposisi
1	Analsim	$Na_{16}(Al_{16}Si_{32}O_{96}).16H_2O$
2	Kabasit	$(Na_2,Ca)_6(Al_{12}Si_{24}O_{72}).40H_2O$
3	Klinoptilotit	$(Na_4K_4)(Al_8Si_{40}O_{96}).24H_2O$
4	Erionit	$(Na,Ca_5K)(Al_9Si_{27}O_{72}).27H_2O$
5	Ferrierit	$(Na_2Mg_2)(Al_6Si_{30}O_{72}).18H_2O$
6	Heulandit	$Ca_4(Al_8Si_{28}O_{72}).24H_2O$
7	Laumonit	$Ca(Al_8Si_{16}O_{48}).16H_2O$
8	Mordenit	$Na_8(Al_8Si_{40}O_{96}).24H_2O$
9	Filipsit	$(Na,K)_{10}(Al_{10}Si_{22}O_{64}).20H_2O$
10	Natrolit	$Na_4(Al_4Si_6O_{20}).4H_2O$
11	Wairakit	$Ca(Al_2Si_4O_{12}).12H_2O$

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan 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 dan dingin (Lestari, 2010). Sebagai produk alam, zeolit alam diketahui memiliki komposisi yang sangat bervariasi, namun komponen utamanya adalah silika dan alumina. Di samping komponen utama ini, zeolit juga mengandung berbagai unsur minor, antara lain Na, K, Ca (Bogdanov *et al.*, 2009), Mg, dan Fe (Akimkhan, 2012).

Terlepas dari aplikasinya yang luas, zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Untuk memperbaiki karakter zeolit alam sehingga dapat digunakan sebagai katalis, adsorben, atau aplikasi lainnya, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu (Mockovciakova *et al.*, 2007).

### **3. Zeolit sintetik**

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa yang sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen di atas. Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetik memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi.

Dengan perkembangan penelitian, dewasa ini telah dikenal beragam zeolit sintetik, dan beberapa diantaranya disajikan dalam Tabel 2.

**Tabel 2.** Rumus oksida beberapa jenis zeolit sintetik (Georgiev *et al.*, 2009)

<b>Zeolit</b>	<b>Rumus Oksida</b>
Zeolit A	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit N-A	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit H	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Zeolit L	$(\text{K}_2\text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit X	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit Y	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 8,9\text{H}_2\text{O}$
Zeolit P	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2-5\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Zeolit O	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit $\Omega$	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
Zeolit ZK-4	$0,85\text{Na}_2\text{O} \cdot 0,15(\text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3,3\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Zeolit ZK-5	$(\text{R}, \text{Na}_2)\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4-6\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Dewasa ini zeolit sintetik terus dikembangkan, dengan dua fokus utama yaitu bahan baku dan metode. Dari segi bahan baku utama, digunakan 2 jenis bahan baku yakni bahan baku sintetik dan bahan baku limbah. Wongkasemjit *et al.* (2002) mensintesis zeolit *Analcium* (ANA) dan Na-P1 (GIS) dari bahan baku sintetik aluminat dan silikat dengan proses *sol-gel* dan teknik *microwave*. Aluminat dan silikat digunakan sebagai prekursor untuk menghasilkan aluminosilikat melalui proses *sol-gel*. NaCl dan NaOH digunakan sebagai agen hidrolisis. Konsentrasi NaOH mempengaruhi bentuk kristalnya, kristal yang sangat baik terbentuk pada konsentrasi NaOH yang tinggi. Proses pembentukan *gel* adalah reaksi endotermik. Proses pertumbuhan kristal maksimum diketahui menggunakan *differential scanning calorimetry* (DSC) terjadi pada suhu 106 °C. Dengan NaOH/ H<sub>2</sub>O sebagai agen hidrolisis dan rasio SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O dan H<sub>2</sub>O 1:0,25:3:410, GIS terbentuk dengan perlakuan hidrotermal selama 3 jam pada

suhu 110 °C, sedangkan ANA terbentuk pada suhu 130 °C selama 8 jam. Ukuran partikel yang terbentuk, GIS 4,55 µm dan ANA berukuran 9,96 µm.

Sunardi dan Abdullah (2007) melaporkan telah mensintesis zeolit dengan bahan baku abu layang batu bara dengan metode peleburan menggunakan NaOH serta aplikasinya sebagai adsorben logam merkuri (II). Abu layang dan NaOH dicampur dan dihomogenkan lalu dilebur pada temperatur 550 °C selama 60 menit. Hasil peleburan ditambahkan akuades, diaduk selama 12 jam dan dihidrotermalkan pada temperatur 90 °C selama 24 jam. Hasil karakterisasi menggunakan *Fourrier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa telah terbentuk zeolit tipe faujasit. Dengan bahan baku yang sama, Laosiripojana *et al.* (2010) berhasil mensintesis zeolit dengan metode fusi. Abu layang dicampur dengan NaOH kondisi udara pada suhu 450 °C di dalam *furnace*. Produk yang dihasilkan dilarutkan dengan akuades kemudian diaduk dengan mesin pengaduk selama 12 jam. Kristal yang dihasilkan dicuci dengan akuades dan dikeringkan semalaman dengan suhu 105 °C. Karakterisasi zeolit menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) diketahui bahwa zeolit hasil sintesis memiliki rumus oksida  $1.08\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1.68\text{SiO}_2 \cdot 1.8\text{H}_2\text{O}$ . Luas permukaan zeolit hasil sintesis diketahui menggunakan *X-ray flouresensi* (XRF) dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) adalah 49-69 m<sup>2</sup>/g.

Bahan baku lain yang digunakan dalam sintesis zeolit adalah silika sekam padi. Kamarudin *et al.* (2004) melaporkan telah mensintesis zeolit dari silika sekam padi, mula-mula sekam padi dibakar dalam *furnace* pada suhu 450, 600 dan 800 °C dengan rata-rata pemanasan 5 °C/menit. Abu yang terbentuk dicuci dengan

NaOH pada suhu 80 °C selama 2 jam, kemudian dicampurkan dengan gel (natrium aluminat dan natrium hidoksida) dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 14 jam. Zeolit yang terbentuk dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), diketahui zeolit yang terbentuk bertipe zeolit Y dan P. Luas permukaan zeolit yang terbentuk dengan analisis adsorpsi nitrogen diketahui 39-211 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,014-0,075 cm<sup>3</sup>/g dan rata-rata diameter pori 2,95-6 nm.

Wittayakun *et al.* (2008) melaporkan telah mensintesis zeolit NaP dan NaY dari silika sekam padi dengan metode hidrotermal. Dalam pelaksanaannya, proses dilakukan secara hidrotermal pada suhu 100 °C dengan rasio optimum dari SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>O adalah 10:1:4,6. Parameter yang dipelajari adalah waktu *aging* dan waktu kristalisasi. Dari hasil yang diberikan, waktu *aging* tidak memberikan efek yang besar, akan tetapi perubahan waktu kristalisasi memberikan hasil transformasi yang signifikan. Untuk melihat perubahan transformasi menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Micrograph* (SEM) digunakan untuk melihat distribusi ukuran partikel, pada kondisi optimum ukuran partikelnya 7-14 µm.

Dengan metode dan bahan yang sama, Yuliyati *et al.* (2011) mensintesis zeolit ZSM-5 menggunakan templat tetrapropilaluminium bromida (TPABr) dengan variabel yang dipelajari adalah waktu kalsinasi. Sekam padi dikarbonisasi dan dihancurkan hingga berukuran (± 100-300 mesh). Abu yang dihasilkan direfluks dengan asam nitrat, selanjutnya dicampurkan dalam larutan NaOH dan TPABr. Campuran diautoclave pada suhu 200 °C selama 20 menit untuk menghasilkan komposit zeolit-karbon. Kemudian dikalsinasi dengan variasi temperatur

(400-900 °C) dalam keadaan udara dan argon, dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan SEM-EDX didapatkan komposit zeolit-karbon membentuk ZSM-5 dan kembali ke fasa kristobalit pada suhu kalsinasi 800 °C.

## B. Silika Sekam Padi

Sekam padi merupakan hasil samping penggilingan padi tertinggi sekitar 20% (Widowati, 2001). Hasil penelitian Sharma *et al.* (1984) menunjukkan bahwa dalam sekam padi terkandung silika dengan kadar sekitar 22%, di samping komponen lain seperti ditunjukkan dalam Tabel 3.

**Tabel 3.** Komposisi sekam padi (Sharma *et al.*, 1984)

Komposisi	Kandungan (% Berat)
Senyawa-senyawa organik	73,87
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,23
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,28
CaO	1,24
MgO	0,21
SiO <sub>2</sub>	22,12
MnO <sub>2</sub>	0,074

Karena kandungan silikanya yang tinggi, sekam padi merupakan salah satu sumber silika nabati yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai alternatif silika mineral sebagai bahan baku pembuatan zeolit sintetik. Potensi ini juga didasarkan pada pemanfaatannya yang luas sebagai bahan baku pembuatan material silika dalam industri dewasa ini. Sebagai gambaran, silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik (Sitorus, 2009; Wittayakun *et al.*, 2011), katalis (Adam *et al.*, 2006), berbagai material komposit (Marlina dkk., 2012; Suka dkk., 2009; Handayani, 2009), dan zeolit sintetik (Prasetyoko dan Putro, 2007).

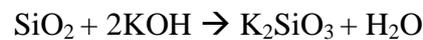
Pemanfaatan silika yang demikian luas juga didukung kemudahan untuk memperoleh silika dari sekam padi, yakni dengan cara ekstraksi atau dengan pengabuan.

Suka dkk. (2008) berhasil mengkarakterisasi sekam padi Provinsi Lampung dengan metode ekstraksi. Mula-mula sekam padi dipreparasi, sekam padi direndam dalam air panas selama 2 jam dan dicuci berulang-ulang dengan air panas untuk menghilangkan pengotor organiknya. Kemudian, sekam padi yang telah bersih direndam ke dalam KOH 5% selama 60 menit. Filtrat yang diperoleh diasamkan dengan HCl hingga pH mencapai 7,0. Produk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR, muncul puncak Si-OH dan Si-O-Si yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan, yang mengindikasikan bahwa silika sekam padi merupakan silika reaktif. Sifat reaktif silika ini juga didukung hasil karakterisasi menggunakan XRD, yang menunjukkan bahwa silika adalah amorf dengan fase kristobalit. Karakterisasi dengan EDS menunjukkan unsur unsur yang terkandung, meliputi O, Na, Mg, Al, Si, K, dan Ca. Hasil yang didapatkan, sekam padi yang diekstraksi memiliki kadar silika 40,8% dengan kemurnian sekitar 95,53%.

Dengan metode yang sama, Agung dkk. (2013) mengekstraksi silika dari abu sekam padi. Sekam padi yang bersih dibuat menjadi arang dan dipanaskan dalam *furnace* selama 4 jam dengan temperatur 700 °C. Abu yang dihasilkan diayak hingga ukurannya 200 mesh. Abu sekam kemudian dilarutkan kedalam larutan KOH dan dipanaskan sampai suhu 85 °C sambil diaduk. Kemudian disaring dan filtratnya ditambahkan HCl 1 N secara perlahan-lahan hingga pH mencapai 7,0.

Endapan kemudian disaring dan dioven. Dari hasil yang didapatkan, ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan larutan KOH menunjukkan semakin besar waktu dan konsentrasi KOH akan semakin banyak rendemen silika yang diperoleh. Rendemen pengambilan terbesar yaitu 50,97% pada konsentrasi KOH 10% dengan waktu ekstraksi 90 menit.

Menurut Mittal (1997) reaksi yang terjadi antara  $\text{SiO}_2$  yang terkandung dalam abu sekam padi dengan larutan alkali, larutan KOH adalah sebagai berikut:



Kemudian, dalam larutan tersebut ditambahkan asam, larutan HCl yang digunakan untuk mengikat kalium sehingga dihasilkan  $\text{SiO}_2$ . Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Selain ekstraksi menggunakan alkali, Zuhajri dkk. (2000) mengekstrak silika dari sekam padi dengan cara perendaman di dalam larutan asam klorida dengan konsentrasi 0%, 1%, 3%, 5%, dan 10% selama 24 jam dilanjutkan dengan pengabuan pada suhu pemanasan 900 °C selama 2 jam dan pengekstrakan dengan asam nitrat encer. Residu kemudian dipanaskan pada suhu 900 °C selama 2 jam. Asam klorida digunakan, karena cenderung bereaksi dengan oksida logam sehingga kadar logam dalam sekam padi dapat berkurang. Peningkatan konsentrasi asam klorida dapat meningkatkan kadar (kemurnian) silika yang terdapat pada abu sekam padi sampai 99,68% dengan konsentrasi asam klorida 10%.

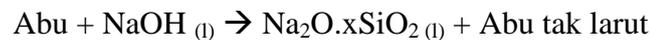
Selain itu, Javed *et al.* (2010) mempelajari bagaimana pengaruh kalium permanganat terhadap sekam padi dan kualitas silika amorf yang dihasilkan dari pembakaran sekam padi. Sekam padi direndam dalam larutan  $\text{KMnO}_4$  (0,001 N) pada suhu ruang selama 30 menit dan digunakan sekam padi tanpa larutan  $\text{KMnO}_4$  sebagai pembanding. Sekam padi dengan perlakuan dan tanpa perlakuan kemudian dianalisis dengan SEM dan *Thermogravimetric Analyses* (TGA). Dari hasil analisis SEM, menunjukkan bahwa selulosa dan zat-zat organik dapat larut ke dalam larutan  $\text{KMnO}_4$ . Analisis TGA dari sekam padi menunjukkan bahwa degradasi termal dari sekam padi dengan perlakuan relatif lebih cepat dibandingkan dengan sekam padi tanpa perlakuan, yang disebabkan karena adanya pembentukan oksigen dari dekomposisi  $\text{KMnO}_4$ .

Abu sekam padi yang dihasilkan dari pembakaran dengan *furnace* pada suhu  $750\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam, dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR untuk mengetahui kualitas silika yang dihasilkan. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa ikatan O-Si-O dalam abu sekam padi yang dihasilkan menjadi lemah akibat penambahan kalium permanganat. Dengan analisis XRD menunjukkan bahwa penambahan larutan kalium permanganat ke sekam padi menghasilkan silika amorf kualitas baik.

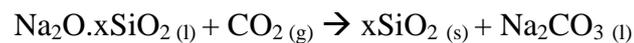
Karena teknologi dalam pembuatan silika dari sekam padi mengalami perkembangan dari tahun ke tahun. Sebuah institut di India dengan nama IPSIT (Indian Institute of Science Precipitate Silica Technology) membuat sebuah metode dalam pengendapan silika dari abu sekam padi (Subbukrishna *et al.*,

2007), dimana metode ini dapat diaplikasikan dalam skala industri. Secara garis besar, teknologi ini melibatkan tiga proses, seperti disajikan di bawah ini.

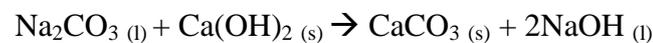
#### Digesti



#### Presipitasi



#### Regenerasi



Dengan metode ini tahap pertama adalah digesti, mula mula abu sekam padi dilarutkan ke dalam larutan NaOH agar terbentuk natrium silikat kemudian disaring dan filtrat yang bersih siap untuk diendapkan. Langkah selanjutnya adalah presipitasi, pada langkah ini bertujuan untuk mengendapkan silika dari larutan natrium silikat. Gas karbon dioksida dengan laju alir tertentu dilewatkan ke larutan silikat. Diaduk terus menerus dan endapan silika disaring dan dicuci dengan air untuk menghilangkan garam anorganik. Filtrat yang dihasilkan digunakan untuk tahap regenerasi.

Regenerasi adalah tahap dimana penambahan kalsium akan bereaksi dengan natrium karbonat membentuk kalsium karbonat dan natrium hidroksida. Filtrat hasil proses pengendapan ditambahkan kalsium dan akan membentuk kalsium karbonat dan natrium hidroksida, kemudian disaring untuk menghilangkan kalsium karbonat dan larutan natrium hidroksida yang dihasilkan digunakan untuk proses digesti. Kalsium karbonat dicuci dengan air dan dikeringkan, kalsium karbonat dikalsinasi untuk mendapatkan kalsium oksida untuk proses regenerasi

kembali. Penerapan metode ini menghasilkan silika dengan sifat-sifat seperti disajikan dalam Tabel 4.

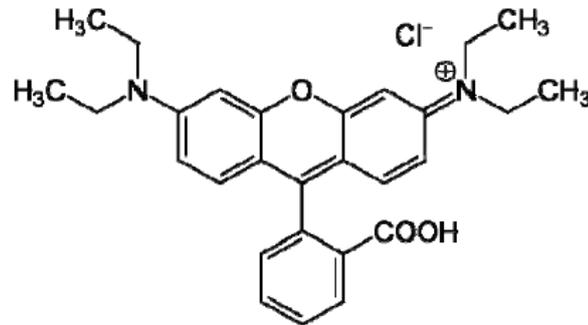
**Tabel 4.** Karakteristik silika sekam padi yang dihasilkan dengan dengan metode IPSIT

Sifat	Bubuk Amorf
Penampilan	Bubuk Putih
Kemurnian	>98%
Luas Permukaan Area	50-300 m <sup>2</sup> /gm
Berat jenis kotor	120-400 g / liter
Pengurangan pengapian	3,0-6,0%
pH dari 5% bubur	6.4 ± 0.5
Kehilangan panas	4.0-7.0%

### C. Pengolahan Limbah Zat Warna Tekstil

Limbah tekstil mengandung bahan-bahan yang berbahaya bila dibuang ke lingkungan, terutama di daerah perairan. Sebagian besar bahan yang terdapat dalam limbah tekstil adalah zat warna, terutama zat warna sintetik. Zat warna sintetik merupakan molekul dengan sistem elektron terdelokalisasi dan mengandung dua gugus fungsi yaitu kromofor dan auksokrom. Kromofor berfungsi sebagai penerima elektron, sedangkan auksokrom sebagai pemberi elektron yang mengatur kelarutan dan warna. Gugus kromofor yang penting yaitu gugus azo (-N=N-), gugus karbonil (-C=O), gugus etilen (-C=C-), dan gugus nitro (-NO<sub>2</sub>). Sedangkan beberapa gugus auksokrom yang penting adalah -NH<sub>2</sub>, -COOH, -SO<sub>3</sub>H dan -OH (Ramachandran *et al.*, 2009).

Salah satu zat warna yang umum digunakan adalah Rhodamin B, yang memiliki struktur kimia seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.



**Gambar 2.** Struktur molekul Rhodamin B (Ismadji dkk., 2005)

Rhodamin B adalah zat warna berbahaya yang sering digunakan dalam dunia industri. Walaupun Rhodamin B tidak diklasifikasikan berdasarkan karsinogenitasnya terhadap manusia (IARC, 1987), tetapi beberapa penelitian menunjukkan bahwa Rhodamin B dapat menyebabkan iritasi pada manusia dan menyebabkan kanker terhadap beberapa hewan percobaan (HSDB, 2002). Lebih lagi, dalam konsentrasi tinggi efek kronis Rhodamin B dapat menyebabkan kerusakan pada hati (Cahyadi, 2006).

Dalam upaya pengolahan limbah zat warna, beberapa metode telah dikembangkan, dan secara umum dapat dibedakan menjadi metode biologi, kimia, dan fisika.

### **1. Pengolahan Limbah Secara Biologi**

Pengkajian biodegradasi zat warna tekstil secara biologi lebih banyak diarahkan dengan menggunakan bakteri dan jamur. Beberapa bakteri dalam kondisi anaerob dilaporkan mampu untuk mendegradasi zat warna azo di antaranya *Aeromonas*

sp., *Pseudomonas* sp., dan *Flavobacterium* sp. Sebaliknya, ada beberapa bakteri yang dilaporkan mampu mendegradasi zat warna azo pada kondisi aerob diantaranya adalah *Plesimonas* sp., dan *Vibrio* sp. (Sastrawidana, 2009).

Pada kondisi anaerob, degradasi zat warna tekstil menggunakan bakteri lebih cepat dibandingkan dengan kondisi aerob, namun kelemahannya yaitu menghasilkan amina aromatik yang bersifat lebih toksik dibandingkan dengan zat warna azo itu sendiri (Van der Zee, 2002). Hasil uji toksisitas menunjukkan degradasi limbah tekstil pada kondisi anaerob lebih toksik dibandingkan dengan limbah awal (Sastrawidana, 2009).

Jamur yang dilaporkan mampu untuk mendegradasi zat warna khususnya zat warna azo merupakan jenis jamur pendegradasi kayu diantaranya adalah *Phanerocheate chrysosporium* (Shingh *et al.*, 2009), *Irpex lacteus* (Tavcar *et al.*, 2006), dan *Polyporus Rubidus* (Dayaram and Dasgupta, 2008). Degradasi menggunakan jamur juga menghasilkan produk toksik meskipun toksisitasnya lebih rendah daripada produk yang dihasilkan dari proses biodegradasi menggunakan bakteri (Hakala, 2007).

Kelemahan lain dalam pengolahan limbah zat warna secara biologi adalah, karena digunakan mikroorganisme sehingga memerlukan kondisi optimum agar proses biodegradasi berlangsung dengan baik seperti tingkat keasaman (pH) (Ali and Muhammad, 2008) dan lama inkubasi (John *et al.*, 2001).

## 2. Koagulasi

Koagulasi merupakan salah satu metode pengolahan limbah zat warna secara kimia. Prinsip koagulasi adalah proses pengendapan partikel yang tersuspensi dalam air atau limbah cair dengan cara penetralan muatan partikel oleh muatan koagulan yang berlawanan (Viesman and Hammer, 1998). Akibat penetralan muatan ini, partikel polutan dalam air akan menggumpal karena berkurangnya gaya kohesi antar partikel (Gregor *et al.*, 1997). Dalam aplikasinya, koagulasi dapat dibedakan atas koagulasi konvensional dan koagulasi secara elektrokimia atau elektrokoagulasi.

Koagulasi konvensional pada umumnya dilakukan dengan menebar koagulan ke dalam air limbah yang akan diolah untuk menurunkan kekeruhan, warna, senyawa patogen dan kontaminan (Viesman and Hammer, 1998; Eikebrokk, 1999). Proses koagulasi konvensional secara umum berlangsung dengan melibatkan empat mekanisme utama, yakni netralisasi muatan, penjebakan, absorpsi dan interaksi kimia (Thomas *et al.*, 1999). Bahan-bahan kimia yang digunakan sebagai koagulan antara lain adalah aluminium sulfat,  $Al_2(SO_4)_3$  (Gregor *et al.*, 1997); ferrosulfat hidrat,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ; ferri klorida,  $FeCl_3$  (Ritter *et al.*, 1999); ferri sulfat,  $Fe(SO_4)_3$ ; dan polialuminium klorida,  $[Al_2(OH)_nCl_{6-n}]_m$  (Tumbas *et al.*, 1999).

Reaksi yang terjadi pada proses koagulasi dengan elektrokimia (elektrokoagulasi) pada dasarnya hampir sama dengan koagulasi konvensional. Hanya saja pada elektrokoagulasi mekanismenya berdasarkan proses elektrolisis. Prinsip dasar metode elektrokoagulasi adalah berdasarkan proses elektrolisis dengan

menggunakan elektroda sebagai koagulan dan melibatkan berbagai mekanisme untuk menghilangkan polutan yang ada dalam air. Umumnya elektroda yang sering digunakan adalah logam Al (Holt *et al.*, 2002), Fe (Jiang *et al.*, 2002), dan Pt/ I (Buso *et al.*, 1997).

Kelemahan dari metode koagulasi adalah karena prosesnya adalah pengendapan sehingga akan menghasilkan endapan, sehingga semakin banyak limbah yang diproses maka semakin banyak endapan yang dihasilkan dan membutuhkan penanganan lebih lanjut. Dalam proses elektrokoagulasi menggunakan logam, sehingga semakin lama logam yang digunakan akan semakin habis terkikis dan juga membutuhkan energi listrik yang banyak

### **3. Adsorpsi**

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan pada permukaan suatu adsorben, misalnya adsorpsi zat padat terhadap gas atau zat cair oleh suatu zat padat. Zat yang teradsorpsi disebut sebagai adsorbat dan zat pengadsorpsi disebut adsorben (Kasmadi, 2002).

#### **a. Jenis – Jenis Adsorpsi**

Adsorpsi oleh zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia (Adamson, 1990). Adsorpsi fisika umumnya terjadi karena adanya gaya *Van der Waals* dan berlangsung bolak-balik. Ketika gaya tarik-menarik molekul antara zat terlarut dengan adsorben lebih besar dari gaya tarik-menarik zat terlarut dengan pelarut, maka zat terlarut akan teradsorpsi di permukaan adsorben.

Adsorpsi fisika umumnya terjadi pada suhu rendah dan bertambahnya suhu akan

mengakibatkan kemampuan adsorpsi berkurang. Beberapa perbedaan penting antara adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia disajikan pada Tabel 5.

**Tabel 5.** Perbedaan antara adsorpsi fisika dengan adsorpsi kimia (Bernasconi *et al.*, 1995)

No.	Parameter	Adsorpsi fisika	Adsorpsi kimia
1	Adsorbat	Semua gas	Kecuali gas mulia
2	Jenis ikatan	Fisika	Kimia
3	Panas adsorpsi	5 – 10 kkal/gr-mol gas	10-100 kkal/gr-mol gas
4	Temperatur operasi	Di bawah suhu kritis	Di atas suhu kritis
5	Energi aktivasi	Kurang dari 1 kkal/gr-mol	10-60 kkal/gr-mol
6	Reversibilitas	<i>Reversible</i>	Tidak selamanya <i>reversible</i>
7	Tebal lapisan	Banyak ( <i>multilayer</i> )	Satu ( <i>monolayer</i> )
8	Kecepatan adsorpsi	Besar	Kecil
9	Jumlah zat teradsorpsi	Sebanding dengan kenaikan tekanan	Sebanding dengan banyaknya inti aktif adsorben yang dapat bereaksi dengan adsorbat
10	Adsorben	Semua jenis	Terbatas

Pada adsorpsi kimia, molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan (Adamson, 1990). Ikatan antara adsorben dan adsorbat dapat cukup kuat sehingga spesies aslinya tidak dapat ditemukan kembali. Adsorpsi ini bersifat *irreversibel* dan diperlukan energi yang besar untuk melepas adsorbat kembali dalam proses adsorpsi. Pada adsorpsi kimia, umumnya kapasitas adsorpsi akan bertambah dengan bertambahnya suhu. Kenaikan suhu yang cukup tinggi memungkinkan terjadinya perubahan adsorpsi fisika menjadi adsorpsi kimia.

## **b. Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi**

Adsorpsi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, yakni luas permukaan adsorben, ukuran partikel, waktu kontak, dan distribusi ukuran pori. Semakin luas permukaan suatu adsorben maka semakin banyak adsorbat yang dapat diserap, sehingga proses adsorpsi dapat semakin efektif. Semakin kecil ukuran diameter partikel suatu adsorben maka semakin luas permukaan adsorben sehingga adsorpsi semakin efektif. Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik sehingga proses adsorpsi akan semakin efektif. Faktor lainnya yakni distribusi pori, distribusi pori akan mempengaruhi distribusi ukuran molekul adsorbat yang masuk ke dalam partikel adsorben (Danang, 2008).

## **c. Isoterm Adsorpsi**

Adsorpsi sering dirangkaikan dengan istilah isoterm yang menunjukkan hubungan antara aktivitas (konsentrasi) fase cair dari adsorbat dan jumlah adsorbat pada suhu konstan. Isoterm adsorpsi menunjukkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat dalam fluida dan dalam permukaan adsorben pada suhu tetap. Kesetimbangan terjadi pada saat laju pengikatan adsorben terhadap adsorbat sama dengan laju pelepasannya. Persamaan yang dapat digunakan untuk menjelaskan data percobaan isoterm dikaji oleh Freundlich dan Langmuir.

### **1. Isoterm Adsorpsi Freundlich**

Isoterm yang paling umum digunakan adalah isoterm Freundlich (Jason, 2004). Isoterm adsorpsi disebut juga adsorpsi fisika, yang terjadi bila gaya intramolekul

lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Gaya ini disebut gaya *van der Waals* sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben. Menurut Atkins (1999) pada proses adsorpsi zat terlarut oleh permukaan padatan diterapkan isoterm Freundlich yang diturunkan secara empiris dengan persamaan sebagai berikut:

$$x/m = k C^{1/n} \quad (1)$$

Apabila dilogaritmakan, persamaan akan menjadi:

$$\log x/m = \log k + 1/n \log C \quad (2)$$

Keterangan:

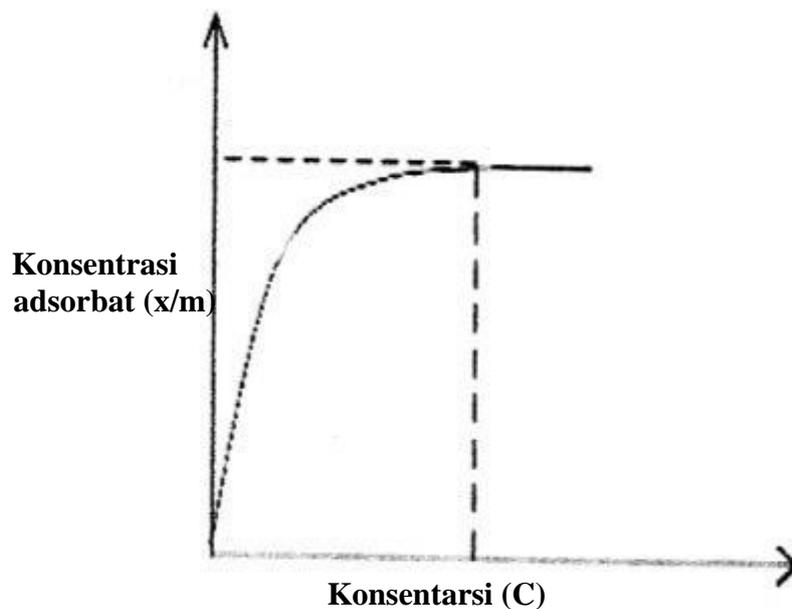
- $x/m$  = jumlah adsorbat terjerap per satuan bobot adsorben ( $\mu\text{g/g}$  adsorben)
- $C$  = konsentrasi kesetimbangan adsorbat dalam larutan setelah adsorpsi (ppm)
- $k, n$  = konstanta empiris

Isoterm Freundlich menganggap bahwa pada semua sisi permukaan adsorben akan terjadi proses adsorpsi di bawah kondisi yang diberikan. Isoterm Freundlich tidak mampu memperkirakan adanya sisi-sisi pada permukaan yang mampu mencegah adsorpsi pada saat kesetimbangan tercapai, dan hanya ada beberapa sisi aktif saja yang mampu mengadsorpsi molekul terlarut (Jason, 2004).

## 2. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Langmuir didasarkan atas beberapa asumsi, yaitu adsorpsi hanya terjadi pada lapisan tunggal (monolayer), panas adsorpsi tidak tergantung pada penutupan permukaan, dan semua situs permukaannya bersifat homogen.

Kurva isoterm adsorpsi Langmuir disajikan dalam Gambar 3.



**Gambar 3.** Kurva isotermal Langmuir.

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.

Adapun persamaan isoterm Langmuir adalah sebagai berikut :

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{Kq_{max}} + \frac{1}{q_{max}} C_e \quad (3)$$

C merupakan konsentrasi adsorbat dalam larutan, q merupakan konsentrasi adsorbat yang terjerap per gram adsorben, k merupakan konstanta yang berhubungan dengan afinitas adsorpsi dan  $q_{max}$  merupakan kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben (Jason, 2004).

#### **D. Elektrolisis**

Elektrolisis adalah proses penggunaan energi listrik menjadi energi kimia. Dalam proses elektrolisis, larutan yang dihasilkan tidak hanya menghantarkan arus listrik, melainkan juga mengalami perubahan kimia. Perubahan kimia yang terjadi selama proses elektrolisis mudah dilihat di sekitar elektroda, walaupun perubahan ini hanya berupa penguraian sederhana (Svehla, 1985).

Aliran listrik melalui suatu konduktor (penghantar) melibatkan perpindahan elektron dari potensial negatif tinggi ke potensial lainnya yang lebih rendah. Mekanisme dari transfer ini tidak sama untuk berbagai konduktor. Dalam penghantar elektronik, seperti padatan dan lelehan logam, penghantaran berlangsung melalui perpindahan elektron langsung melalui penghantar dari potensial yang diterapkan. Dalam hal ini, atom-atom penyusun penghantar listrik tidak terlibat dalam proses tersebut. Akan tetapi penghantar elektrolitik yang mencakup larutan elektrolit dan lelehan garam-garam. Penghantaran berlangsung melalui perpindahan ion-ion baik positif maupun negatif menuju elektroda-elektroda. Migrasi ini tidak hanya melibatkan perpindahan listrik dari suatu elektroda ke elektroda lainnya tetapi juga melibatkan adanya transport materi dari suatu bagian konduktor ke bagian lainnya (Mulyati dan Hendrawan, 2003).

## 1. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Elektrolisis

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses elektrolisis yaitu kerapatan listrik, waktu, tegangan, kadar keasaman (pH), ketebalan plat, dan jarak antar elektroda (Putero dkk., 2008).

Pemilihan elektroda juga berpengaruh dalam proses elektrolisis. Faktor-faktor yang dipertimbangkan ketika memilih bahan elektroda adalah stabilitas fisik dan kimiawi yang meliputi ketahanan terhadap korosi, pembentukan oksida dan hidrida tertentu, laju dan selektivitas produk yang akan terbentuk, konduktivitas listrik, faktor ketahanan dan harga, serta kesesuaian dengan desain sel atau system (Artadi, 2007).

## 2. Reaksi Pada Elektroda

Apabila listrik dialirkan melalui lelehan senyawa ion maka senyawa ion itu akan diuraikan. Kation direduksi di katoda, sedangkan anion dioksidasi di anoda. Reaksi elektrolisis dalam larutan elektrolit berlangsung lebih kompleks. Spesi yang bereaksi belum tentu kation atau anionnya, tetapi mungkin saja air atau elektrodanya. Hal itu bergantung pada potensial spesi-spesi yang terdapat dalam larutan (Keenan *et al.*, 1984).

Pada proses elektrolisis air dengan elektroda aluminium, pada anoda terjadi oksidasi Al menjadi  $Al^{3+}$  dan pada katoda air mengalami reduksi menghasilkan gas hidrogen ( $H_2$ ) (Holt *et al.*, 2002).

### 3. Hukum Faraday

Akibat aliran arus listrik searah ke dalam larutan elektrolit akan terjadi perubahan kimia dalam larutan tersebut. Menurut *Michael Faraday* (1834) lewatnya arus 1 F mengakibatkan oksidasi 1 massa ekuivalen suatu zat pada suatu elektroda (anoda) dan reduksi 1 massa ekuivalen suatu zat pada elektroda yang lain (katoda) (Mollah *et al.*, 2004).

Hukum Faraday I : Massa zat yang timbul pada elektroda karena elektrolisis berbanding lurus dengan jumlah listrik yang mengalir melalui larutan.

$$W = \frac{Ar \cdot i \cdot t}{n \cdot F} \quad (4)$$

Keterangan:

W = massa zat yang diendapkan (g)

Ar = Massa atom relatif (g/mol)

n = valensi ion

t = waktu (detik)

F = bilangan faraday = 96500 C

### E. Spektrometer UV-Vis

Prinsip dari spektrometer UV-Vis adalah interaksi elektromagnetik yang dipancarkan oleh sumber energi dengan materi, dimana hasil interaksi radiasi UV-Vis terhadap materi mengakibatkan materi tersebut mengalami transisi elektronik (Fessenden dan Fessenden, 1999). Transisi elektronik yang diserap atau absorbansi tersebut sebanding dengan jumlah senyawa organik yang ada dalam sampel. Senyawa-senyawa yang dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis mampu mengabsorpsi sinar pada panjang gelombang UV 200-380 nm dan Vis pada 380-780 nm (Supriyanto, 1999).

Spektrofotometer UV-Vis untuk penentuan konsentrasi didasarkan pada hukum Lambert-Beer. Lambert menyelidiki mengenai hubungan antara adsorpsi radiasi dengan panjang gelombang melalui medium yang dapat menyerap cahaya. Bila suatu sinar radiasi monokromatik melewati suatu medium dengan ketebalan tertentu, diketahui bahwa tiap lapisan menyerap radiasi yang dipancarkan dengan jumlah bagian yang sama. Dari hukum Lambert dan Beer dapat dilihat adanya hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi, atau dikenal dengan hukum Lambert-Beer, dimana secara matematis persamaannya dapat ditulis sebagai berikut:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (5)$$

Keterangan:

A = Absorbansi larutan

$\epsilon$  = koefisien ekstingsi molar (serapan molar) ( $\text{cm}^{-1}\text{M}^{-1}$ )

b = tebal medium (larutan) (cm)

c = konsentrasi larutan (M)

Berdasarkan hal yang telah dijelaskan di atas, maka spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk memantau proses adsorpsi zeolit sintetis dalam penelitian ini, karena alat ini dapat memantau perubahan konsentrasi zat warna Rhodamin B setelah proses adsorpsi yang ditunjukkan pada hubungan absorbansi dengan konsentrasi.

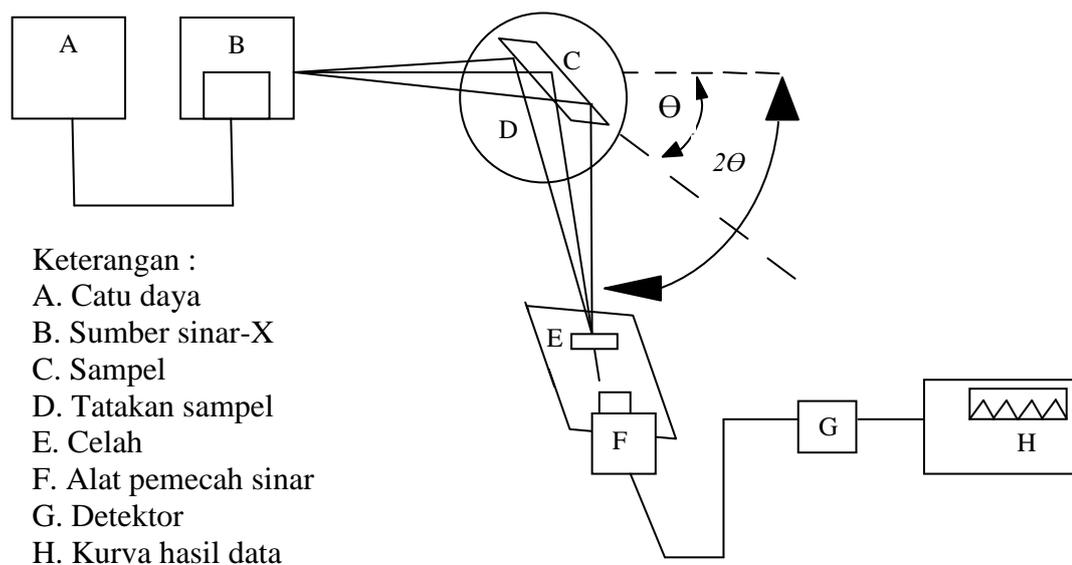
## **F. Karakterisasi Zeolit**

Suatu zeolit dapat dikarakterisasi dengan beberapa metode, meliputi struktur fasa menggunakan XRD, morfologi permukaan menggunakan SEM, dan komposisi kimia menggunakan EDS.

## 1. Difraksi Sinar -X (XRD)

Sinar -X merupakan suatu bentuk radiasi elektromagnetik yang berbeda dengan sinar ( $\lambda = 400\text{-}800\text{ nm}$ ) yaitu mempunyai panjang gelombang lebih pendek ( $\lambda \approx 0,1\text{ nm}$ ). Hamburan sinar ini dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembak dengan elektron-elektron kecepatan tinggi dalam tabung vakum (Smallman,1991).

Elektron tersebut mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menghasilkan radiasi dengan jarak panjang gelombang kontinu yang disebut Bremsstrahlung. Skema alat difraksi sinar -X disajikan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Skema alat difraksi sinar-X (Callister, 2009)

Secara umum prinsip kerja XRD adalah sebagai berikut :

1. Generator tegangan tinggi (A) berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X (B).
2. Sampel berbentuk pelet (C) diletakkan diatas tatakan (D) yang dapat diatur.

3. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah (E), kemudian masuk ke alat pencacah (F).
4. Intensitas difraksi sinar-X direkam (G) dan ditampilkan dalam bentuk kurva (H) terhadap jarak antar bidang d.

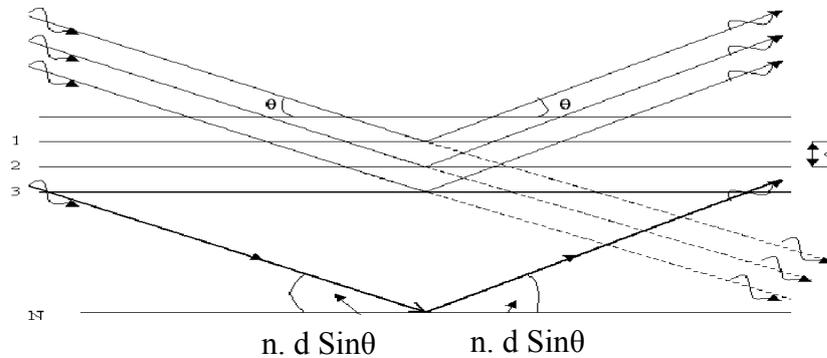
Analisis menggunakan alat difraktometer sinar-X didasarkan pada pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan oleh proses difraksi, ukuran panjang gelombang sinar-X harus tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam kristal, sehingga pola berulang dari kisi kristal akan berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar-X.

Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar-X menumbuk sampel dan terdifraksi, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg, yaitu :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (6)$$

n yakni bilangan bulat dan merupakan tingkat difraksi sinar-X,  $\lambda$  yakni panjang gelombang yang dihasilkan oleh katoda yang digunakan, seperti  $\text{Cu K}\alpha = 1,5414 \text{ \AA}$ , sedangkan d merupakan jarak antara batas lapisan permukaan, dan  $\theta$  merupakan sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal.

Untuk mengetahui keadaan sinar datang dan sinar refleksi dari difraksi suatu bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Difraksi dari bidang kristal (Callister Jr, 2009)

Selanjutnya, suatu kristal mineral dapat ditentukan strukturnya dengan cara membandingkan pola difraksi yang dihasilkan dengan pola difraksi mineral acuan atau baku.

## **2. Brunauer-Emmett-Teller (BET)**

Luas permukaan, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori merupakan faktor penentu unjuk kerja suatu adsorben. Suatu bahan padat seperti adsorben, memiliki luas permukaan yang dapat dibedakan menjadi luas permukaan eksternal (makroskopik) dan internal (mikroskopik). Luas permukaan eksternal hanya meliputi permukaan luar bahan, sedangkan luas permukaan internal meliputi semua pori-pori kecil, celah, dan rongga pada padatan (Nurwijayadi, 1998).

Luas permukaan katalis pada penelitian ini ditentukan melalui pengukuran menggunakan *Surface Area Analyzer Quantachrome NOVA-1000* versi 2.2 yang didasarkan pada metode BET yaitu adsorpsi dan desorpsi isotermis dari gas yang diserap (nitrogen). Kuantitas gas yang diserap dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W[(\frac{P_o}{P}) - 1]} = \frac{1}{W_m C} + \left[ \frac{C-1}{W_m C} \right] \frac{P}{P_o} \quad (7)$$

Keterangan:

- W = Berat gas yang diserap (adsorbed) pada tekanan relatif P/Po (g)
- Wm = Berat gas nitrogen (adsorbed) pada lapis tunggal (g)
- P = Tekanan kesetimbangan adsorpsi (atm)
- Po = Tekanan uap jenuh adsorpsi (atm)
- P/ Po = Tekanan relatif adsorpsi
- C = Konstanta energi

Persamaan BET di atas akan merupakan garis lurus apabila dibuat grafik  $1/[W(P/Po - 1)]$  versus P/Po (Lowell and Shields, 1984). Selanjutnya untuk pengukuran luas permukaan dengan metode BET berdasarkan pada persamaan berikut:

$$St = \frac{(W_m N A_{cs})}{M} \quad (8)$$

Keterangan:

- St = luas permukaan total (m<sup>2</sup>)
- Wm = berat gas nitrogen (g)
- M = berat molekul dari gas nitrogen (g/mol)
- N = bilangan Avogadro (6,023 x 10<sup>23</sup> molekul/mol)
- Acs = luas molekul *cross sectional* gas nitrogen (16,2 Å)

Pengukuran luas permukaan spesifik ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$S = \frac{St}{bc} \quad (9)$$

Keterangan:

S = luas permukaan spesifik ( $m^2/g$ )

St = luas permukaan total ( $m^2$ )

bc = berat cuplikan (g)

Volume total pori adalah volume gas yang teradsorpsi pada tekanan jenuh, untuk menghitung volume total pori digunakan persamaan berikut:

$$V_{\rho} = \frac{W_a}{\rho} \quad (10)$$

Keterangan:

$V_{\rho}$  = volume total pori (cc)

W<sub>a</sub> = berat nitrogen yang teradsorpsi pada P/P<sub>o</sub> = 0,99 (g)

$\rho$  = densitas nitrogen pada 77°K (g/cc)

Perhitungan ukuran pori dilakukan dengan asumsi bahwa geometri pori berbentuk silindris sehingga rata-rata jari-jari pori dihitung dari perbandingan volume total pori dan luas permukaan spesifik, dengan menggunakan persamaan berikut:

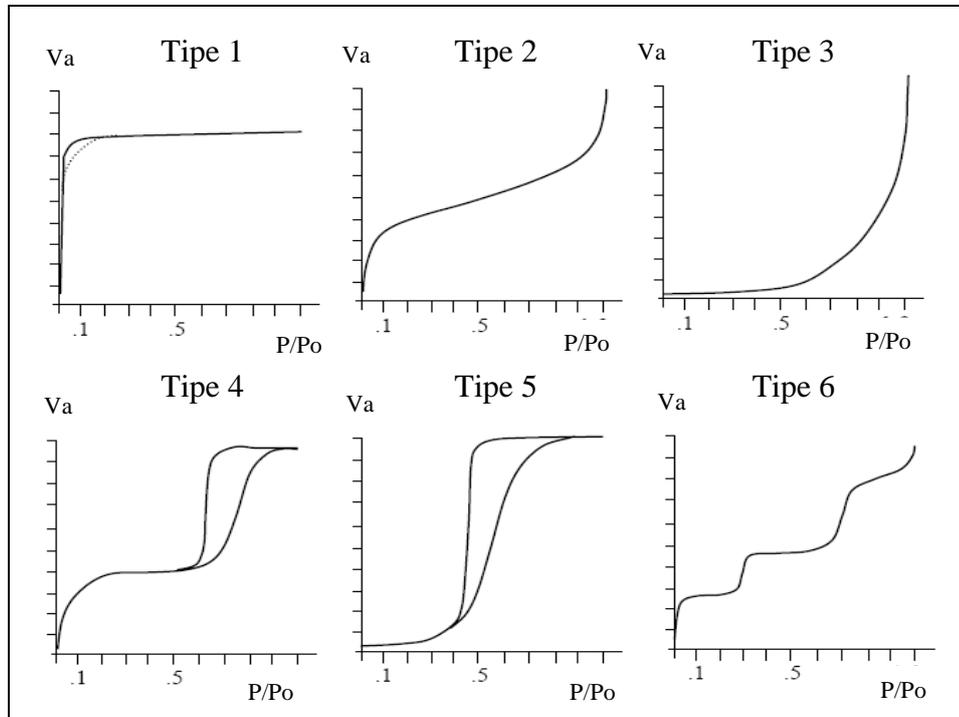
$$r_p = \frac{2V_{\rho}}{S} \quad (11)$$

Keterangan:

r<sub>p</sub> = rata-rata jari-jari pori (m)

$V_{\rho}$  = volume total pori (cc)

Terdapat enam tipe adsorpsi isotermis pada metode BET bila volume total gas adsorpsi ( $V_a$ ) diplotkan sebagai fungsi  $P/P_0$ , hasil adsorpsi isotermis tersebut disajikan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Tipe adsorpsi dan desorpsi isotermis pada padatan atau bahan mesopori dan mikropori

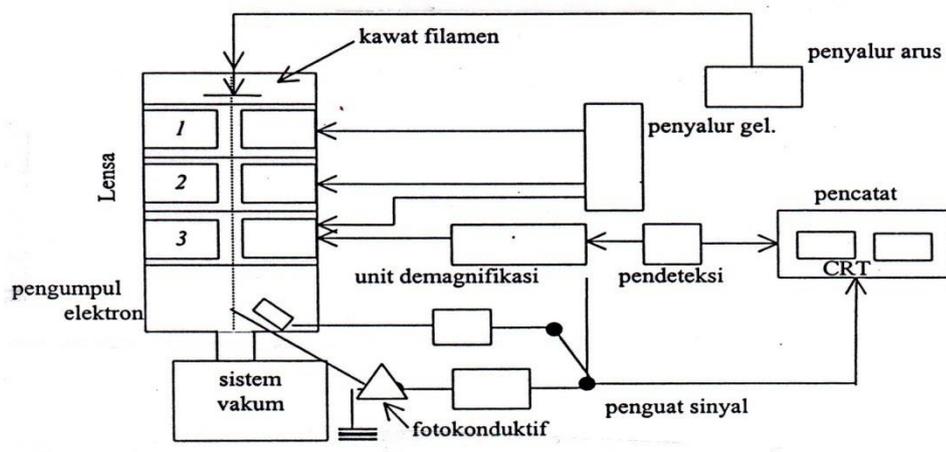
Tipe I merupakan karakteristik padatan mikropori seperti zeolit, yang menunjukkan kapasitas adsorpsi yang tinggi dan cepat. Tipe II menunjukkan adsorpsi isotermis pada material atau bahan yang tak berpori, sedangkan pada tipe III untuk bahan yang makropori. Ciri utama isotermis pada tipe IV adalah adanya *hysteresis loop* dan kenaikan grafik yang tinggi pada  $P/P_0$ . Isotermis tipe ini umumnya terdapat pada bahan mesopori seperti silika gel. Pada tipe V menunjukkan adsorpsi nitrogen yang rendah pada tekanan relatif rendah, kenyataan ini mengindikasikan bahwa interaksi rendah antara adsorbat dengan adsorben.

Isotermis tipe VI sangat jarang ditemukan, tipe ini dapat dihasilkan pada nitrogen yang diadsorpsi pada karbon spesial (Sing *et al.*, 1985).

### 3. *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectrometer (SEM/EDS)*

Untuk melakukan karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahkan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dirangkaikan dengan EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*). Pada SEM (*Scanning Electron Microscope*) dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan, sedangkan komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel dapat dianalisis dengan menggunakan EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*) (Goldstein *et al.*, 1981).

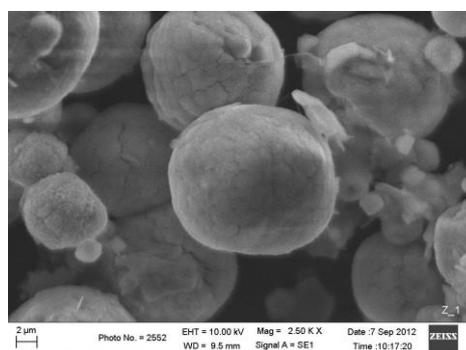
Alat ini dilengkapi sumber cahaya yang berupa suatu filamen dan biasanya suatu kawat tungsten seperti ditunjukkan pada Gambar 7.



**Gambar 7.** Skema alat *Scanning Electron Microscope* (Goldstein *et al.*, 1981)

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS dilakukan melalui adsorpsi isoterms gas oleh padatan sampel. Jumlah molekul gas yang diadsorpsi pada permukaan luar padatan sampel sangat sedikit dibandingkan dengan yang diadsorpsi oleh porinya. prinsip kerja *Scanning Electron Microscope*, dengan cara mengalirkan arus pada kawat filamen tersebut dan perlakuan pemanasan, sehingga dihasilkan elektron. Elektron tersebut dikumpulkan dengan tegangan tinggi dan berkas elektron difokuskan dengan sederetan lensa elektromagnetik. Ketika berkas elektron mengenai target, informasi dikumpulkan melalui tabung sinar katoda (CRT) yang mengatur intensitasnya.

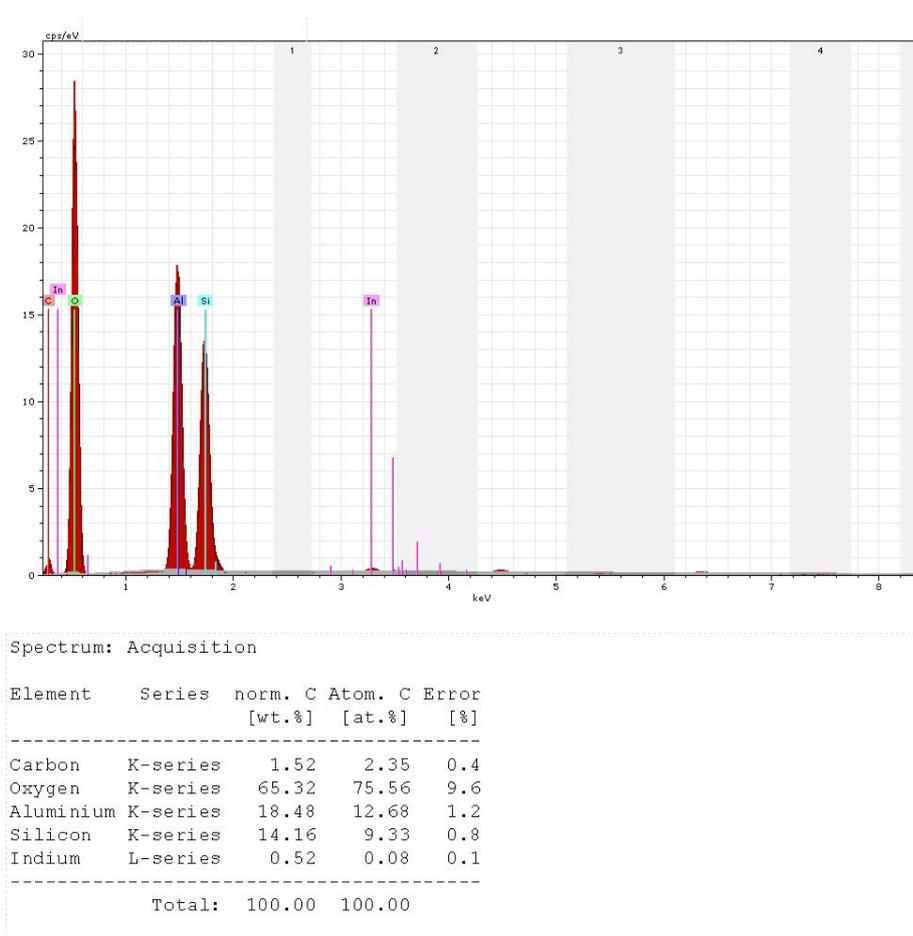
Setiap jumlah sinar yang dihasilkan dari CRT dihubungkan dengan jumlah target, jika terkena berkas elektron berenergi tinggi dan menembus permukaan target, karena terjadi ionisasi atom dari cuplikan padatan. Elektron bebas ini tersebar keluar dari aliran sinar utama, sehingga tercipta lebih banyak elektron bebas, dengan demikian energinya habis lalu melepaskan diri dari target. Elektron ini kemudian dialirkan ke unit demagnifikasi dan dideteksi oleh detektor dan selanjutnya dicatat sebagai suatu foto (Wagiyo dan Handayani, 1997). Contoh foto hasil analisis SEM ditunjukkan pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Mikrostruktur zeolit NaP1 (Trivana, 2013)

Pada EDS analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Analisis kuantitatif tidak hanya menjawab unsur apa yang ada dalam sampel tetapi juga konsentrasi unsur tersebut.

Untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses antara lain meniadakan *background*, dekonvolusi peak yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur (Larry and Hanke, 2001). Contoh Hasil EDS ditunjukkan pada Gambar 9.



**Gambar 9.** Hasil analisis EDS kaolin (Trivana, 2013)

Gambar 9 menunjukkan bahwa kaolin memiliki kandungan karbon, oksigen, aluminium, silica, dan indium dengan jumlah karbon sebesar 1,52%; oksigen 65,32%; aluminium 18,48%; silica 14,16%; dan indium sebesar 0,52%.