

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi, Aktivasi dan Karakterisasi Ampas Sagu

Preparasi ampas sagu dilakukan dengan cara dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan dibawah sinar matahari. Ampas sagu dicuci dengan akuades untuk memisahkan partikel-partikel pengotor yang masih menempel pada ampas sagu, sedangkan pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kadar air pada ampas sagu sehingga dapat mempermudah proses penghalusan (Taihuttu dkk, 2019). Ampas sagu rumbia diaktivasi menggunakan larutan asam sulfat (H_2SO_4). Asam sulfat memiliki dua ion H^+ yang dapat meningkatkan reaktivitas gugus aktif pada ampas sagu dengan cara melarutkan mineral pengotor yang terikat pada gugus fungsi ampas sagu (Cici dkk, 2017).

Proses aktivasi ampas sagu dilakukan dengan pengadukan selama 6 jam. Campuran yang telah diaduk didiamkan selama 24 jam agar bagian atas pada campuran dapat didekantasi. Selanjutnya dilakukan proses penyaringan untuk memisahkan sisa larutan dengan endapan. Endapan dicuci dengan akuades untuk menetralkan ampas sagu sehingga sisa asam yang melekat pada ampas sagu hilang. Proses pengeringan dilakukan menggunakan oven pada suhu $100^{\circ}C$ untuk menghilangkan kadar H_2O pada ampas sagu teraktivasi asam sehingga diperoleh bobot yang tetap (Thata dkk, 2015). Setelah proses pengeringan, ampas sagu dihaluskan dan diayak. Tujuan dari penghalusan dan pengayakan adalah untuk memaksimalkan proses penyerapan dengan menghomogenkan dan memperkecil ukuran partikel ampas sagu (Syauqiah, 2016). Ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi memiliki perbedaan secara fisik. Ampas sagu setelah aktivasi berwarna coklat susu dan memiliki serbuk yang lebih halus, sedangkan ampas sagu setelah aktivasi berwarna coklat dan memiliki serbuk yang agak kasar. Ampas Sagu sebelum dan setelah aktivasi ditampilkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 (a) Ampas Sagu dan (b) Ampas Sagu Teraktivasi

4.1.1 Analisis FTIR Ampas Sagu

Ampas Sagu sebelum dan setelah aktivasi di analisis menggunakan spektrum FTIR atau *fourier transform infra red* yang bertujuan untuk mengetahui perbandingan gugus fungsi pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi (Cici dkk, 2017). Berdasarkan spektrum FTIR pada gambar 4.2 menunjukkan bahwa ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi memiliki puncak-puncak serapan yang berbeda. Ampas sagu teraktivasi asam menghasilkan puncak serapan baru yaitu gugus -O-, gugus fungsi C-H keluar bidang dan gugus C-H aromatik. Gugus fungsi tersebut merupakan komponen penyusun dari senyawa selulosa dan lignin. Hal ini menunjukkan bahwa aktivasi menggunakan aktivator asam sulfat dapat merubah karakteristik gugus fungsi yang ada pada ampas sagu. Spektrum *Fourier Transform Infra Red* Ampas sagu dan ampas sagu teraktivasi asam ditampilkan pada Tabel 4.1 dan Gambar 4.2

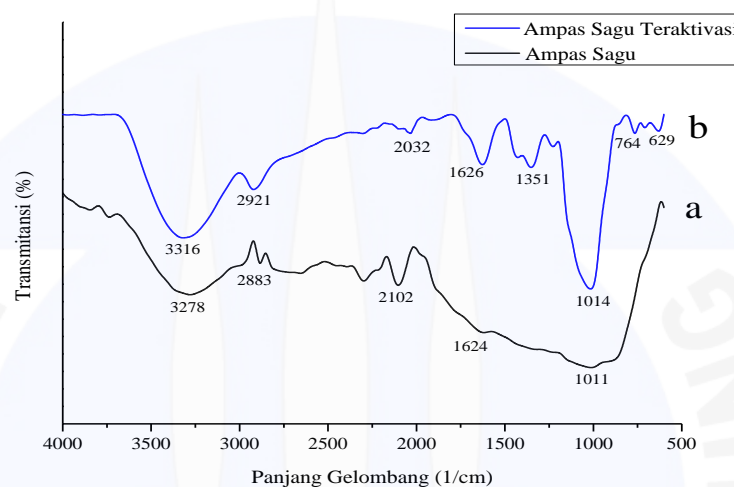
Tabel 4.1 Gugus Fungsi Ampas Sagu dan Ampas Sagu Teraktivasi Asam
Bilangan Gelombang (cm^{-1})

Ampas Sagu	Ampas Sagu Teraktivasi Asam	Gugus Fungsi	Referensi (cm^{-1})
3278	3316	OH	3200-3650 ^e , 3800-3553 ⁱ , 3326 ^f
2883	2921	Vibrasi ulur C-H	2850-3000 ^{e,i} , 2931 ^g
2102	2032	Vibrasi ulur C=C	2000-2260 ⁱ
1624	1626	C=C	1600-1680 ^e , 1500-1900 ⁱ
-	1351	-O-	1300-1400 ^j
1011	1014	C-O	1000-1300 ^e , 1100-1300 ⁱ

Tabel 4.1 Gugus Fungsi Ampas Sagu dan Ampas Sagu Teraktivasi Asam
Bilangan Gelombang (cm^{-1})

Ampas Sagu	Ampas Sagu Teraktivasi Asam	Gugus Fungsi	Referensi (cm^{-1})
-	629	C-H keluar bidang	500-650 ^k
-	764	C-H Aromatik	690-900 ^e

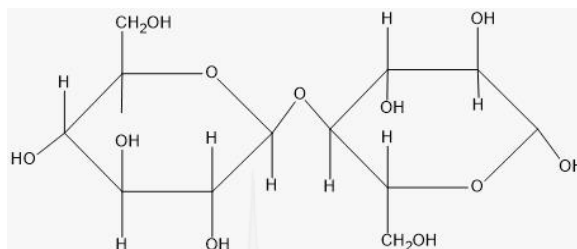
Keterangan : Pavia dkk (2014)^e, Istinanda dkk (2018)^f, Cici dkk (2017)^g, Silverstein dkk (1962)ⁱ, Monariqsa dkk (2012)^j, Puspitasari (2017)^k.



Gambar 4.2 (a) Spektrum FTIR Ampas Sagu dan (b) Ampas Sagu Teraktivasi

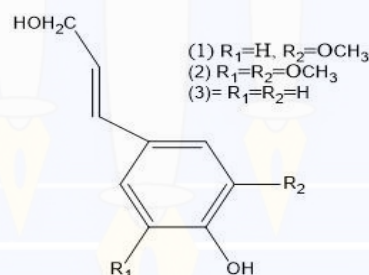
Berdasarkan data spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus -OH di bilangan gelombang 3278 cm^{-1} dan 3316 cm^{-1} pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi. Gugus -OH tersebut merupakan gugus utama yang terdapat pada selulosa (Lestari dkk, 2013). Bilangan gelombang 2883 cm^{-1} dan 2921 cm^{-1} pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi merupakan vibrasi ulur C-H. Vibrasi ulur C-H merupakan kerangka pembangun struktur dari senyawa selulosa (Mohadi, 2014 dan Rambat, 2015). Ampas sagu setelah aktivasi menunjukkan adanya penghubung rantai karbon dalam selulosa yaitu gugus -O-. Gugus -O- tersebut berada di bilangan gelombang 1351 cm^{-1} . Gugus C-O dan C-H keluar bidang merupakan gugus yang terdapat pada struktur selulosa. Gugus C-O berada di bilangan gelombang 1011 cm^{-1} dan 1014 cm^{-1} pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi, sedangkan gugus C-H keluar bidang berada di bilangan gelombang 629 cm^{-1} pada ampas sagu setelah aktivasi. Dari data diatas

menunjukkan bahwa ampas sagu rumbia mengandung senyawa selulosa yang ditandai dengan munculnya gugus -OH, C-H, C-O, -O- dan C-H keluar bidang (Monariqsa dkk, 2012). Struktur senyawa selulosa disajikan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Struktur Selulosa

Ampas sagu rumbia juga mengandung senyawa lignin yang ditandai dengan adanya gugus C=C stretching, C-H aromatik dan ikatan rangkap dua yaitu gugus C=C. Gugus C=C stretching berada di bilangan gelombang 2102 cm^{-1} dan 2032 cm^{-1} pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi. Gugus C-H aromatik berada di bilangan gelombang 764 cm^{-1} pada ampas sagu setelah aktivasi. Gugus fungsi C=C di bilangan gelombang 1624 cm^{-1} dan 1626 cm^{-1} pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi (Yusuf, 2014). Struktur lignin dapat dilihat pada Gambar 4.4



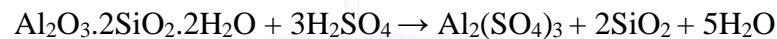
Gambar 4.4 Struktur Lignin

Berdasarkan Spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus -OH pada ampas sagu sebelum dan setelah aktivasi. Gugus -OH tersebut merupakan komponen penyusun dari senyawa selulosa yang mampu berinteraksi dan mengadsorpsi logam berat (Thata dkk, 2015; Cici dkk, 2017 & Kusumawardani, 2018).

4.2 Preparasi, Aktivasi dan Karakterisasi Kaolin Alam

Preparasi kaolin alam dilakukan dengan cara dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan dibawah sinar matahari. Kaolin dicuci untuk menghilangkan partikel-partikel pengotor yang menempel pada permukaan kaolin, sedangkan

pengeringan bertujuan untuk menghilangkan kandungan H_2O pada kaolin alam (Tanheitafino dkk, 2016). Kaolin diaktivasi menggunakan larutan asam sulfat (H_2SO_4) 3M. Tujuan aktivasi kaolin menggunakan asam sulfat untuk meningkatkan luas permukaan kaolin tanpa merusak strukturnya. Asam sulfat memiliki dua ion H^+ yang dapat di pertukarkan dengan kation-kation seperti K^+ , Na^+ dan Mg^{2+} yang terdapat pada struktur ruang antar lapisan kaolin sehingga logam-logam tersebut larut (Cici dkk, 2017). Reaksi yang terjadi antara H_2SO_4 dengan kaolinit adalah:



Proses aktivasi dilakukan dengan mengaduk kaolin alam selama 6 jam dan setelah diaduk campuran didiamkan selama 24 jam agar bagian atas pada campuran dapat di dekantasi. Selanjutnya dilakukan proses penyaringan untuk memisahkan antara larutan dengan residu. Residu dinetralkan menggunakan aquades sehingga sisa-sisa asam yang melekat pada kaolin hilang. Proses pengeringan dilakukan menggunakan oven pada suhu $100^\circ C$ agar kadar air pada kaolin hilang, sehingga diperoleh bobot yang tetap (Thata dkk, 2015). Setelah proses pengeringan kaolin dihaluskan dan diayak, penghalusan dan pengayakan digunakan untuk memaksimalkan proses penyerapan dengan menghomogenkan dan memperkecil ukuran partikel pada kaolin (Syauqiah, 2016). Kaolin sebelum dan setelah aktivasi memiliki perbedaan secara fisik. Kaolin teraktivasi asam memiliki warna yang lebih putih dan serbuk yang lebih halus jika dibandingkan dengan kaolin alam sebelum aktivasi. Kaolin alam sebelum dan setelah aktivasi ditampilkan pada Gambar 4.5



(a)

(b)

Gambar 4.5 (a) Kaolin Alam dan (b) Kaolin Teraktivasi

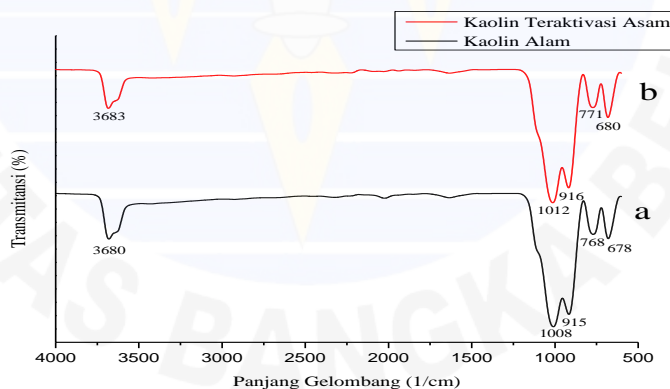
4.2.1 Analisis FTIR Kaolin Alam

Kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dikarakterisasi menggunakan spektrum FTIR yang bertujuan untuk mengetahui perbandingan gugus fungsi kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam (Cici dkk, 2017). Spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) kaolin alam sebelum dan setelah aktivasi ditampilkan pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.6

Tabel 4.2 Gugus Fungsi Kaolin Alam dan Kaolin Teraktivasi Asam
Bilangan Gelombang (cm^{-1})

Kaolin Alam	Kaolin Teraktivasi Asam	Gugus Fungsi	Referensi (cm^{-1})
3680	3683	Vibrasi Al-OH	3679 ^a , 3690 ^c
1008	1012	Vibrasi ulur Si-O	1003 ^a , 1010 ^b , 1001 ^c
915	916	Vibrasi ulur Al-OH	913 ^a , 912 ^b , 910 ^c , 911 ^d
768	771	Vibrasi Si-O	780 ^a
678	680	Vibrasi ulur Si-O-Al	683 ^c

Keterangan: Nurhadini dkk (2019)^a, Sunardi dkk (2017)^b, Magdy dkk (2017)^c, Nmiri dkk (2017)^d



Gambar 4.6 (a) Spektrum FTIR Kaolin Alam dan (b) Kaolin Teraktivasi Asam

Berdasarkan Gambar 4.6 spektrum kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam memiliki pola serapan yang sama, hal tersebut menunjukkan bahwa aktivasi kaolin menggunakan asam sulfat tidak merubah karakteristik gugus fungsi yang terdapat pada kaolin (Nafsiyah dkk, 2017)

Kaolin alam dan kaolin setelah aktivasi menunjukkan adanya vibrasi Al-OH yang terdapat dibilangan gelombang 3680 cm^{-1} dan 3683 cm^{-1} . Vibrasi Al-OH adalah gugus hidroksil OH yang terikat pada atom Al oktahedral yang berasal dari permukaan atau antar lapis pada silikat (Sunardi dkk, 2017). Bilangan gelombang 1008 cm^{-1} dan 1012 cm^{-1} pada kaolin sebelum dan setelah aktivasi menunjukkan adanya vibrasi ulur dari M-O dimana M adalah Si atau Al yang melibatkan gerakan utama dari atom oksigen Si-O dan merupakan serapan khas pada kaolinit. Puncak serapan pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dibilangan gelombang 915 cm^{-1} dan 916 cm^{-1} merupakan vibrasi regangan Al-OH. Bilangan gelombang 768 cm^{-1} dan 771 cm^{-1} pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam merupakan vibrasi dari gugus Si-O (Nurhadini dkk, 2019), sedangkan bilangan gelombang 678 cm^{-1} dan 680 cm^{-1} yang terdapat pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam merupakan vibrasi regangan Si-O-Al (Magdy dkk, 2017).

Nilai pada bilangan gelombang 3680 cm^{-1} , 3683 cm^{-1} dan 678 cm^{-1} , 680 cm^{-1} memiliki kemiripan dengan penelitian Nmiri dkk (2017), dimana pada bilangan gelombang tersebut menunjukkan adanya mineral kaolinit pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam.

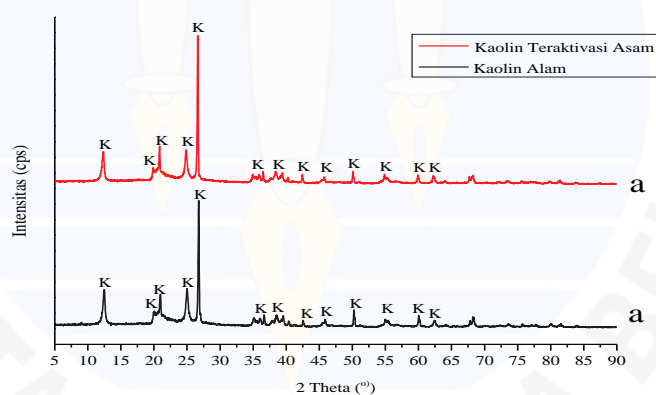
4.2.2 Analisis XRD Kaolin Alam

Kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dikarakterisasi menggunakan spektrum XRD yang bertujuan untuk mengetahui komposisi atau komponen penyusun yang terdapat pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam (Nurhadini dkk, 2019). Identifikasi komponen penyusun yang terdapat pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dapat dilihat dengan menyesuaikan posisi puncak intensitas difraksi 2θ hasil difraktogram XRD kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dengan posisi puncak intensitas difraksi 2θ pada *Joint Committee for Powder Diffraction Standards* (JCPDS) (Sunardi dkk, 2017). Hasil karakterisasi kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.7

Tabel 4.3 Nilai 2θ pada Analisis XRD Kaolin Alam dan Kaolin Teraktivasi Asam

Kaolin Alam		Kaolin Teraktivasi Asam		Referensi
2θ ($^{\circ}$)	I [cps]	2θ ($^{\circ}$)	I [cps]	2θ ($^{\circ}$)
26,768	2,949	26,631	3,104	26,749 ^a ; 26,462 ^b ; 26,373 ^c ; 26,426 ^d ; 26,188 ^e ; 26,368 ^f
12,501	1,733	12,341	2,055	12,527 ^a ; 12,369 ^b ; 12,334 ^c ; 12,369 ^d ; 12,457 ^e ; 12,293 ^f
25,028	1,700	-	-	25,135 ^a
-	-	24,873	2,108	24,992 ^b ; 24,857 ^c ; 24,921 ^d ; 24,780 ^e ; 24,942 ^f
20,908	1,750	20,802	2,041	20,542 ^a ; 20,446 ^b ; 20,323 ^c ; 20,399 ^d ; 20,182 ^f
50,266	283	50,135	389	50,976 ^a ; 50,373 ^c ; 50,523 ^d ; 50,976 ^e

Keterangan: JCPDS 03-0058^a, JCPDS 12-0447^b, JCPDS 14.0164^c, JCPDS 05-0143^d, JCPDS 03-0052^e, JCPDS 02-0105^f



Gambar 4.7 (a) Difraktogram XRD Kaolin Alam dan (b) Kaolin Teraktivasi Asam

Berdasarkan Gambar 4.7 dan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa adanya mineral kaolinit ditandai dengan puncak-puncak serapan intensitas difraksi pada kaolin alam yang muncul didaerah 2θ 26,768 $^{\circ}$; 12,501 $^{\circ}$; 25,028 $^{\circ}$; 20,908 $^{\circ}$ dan 50,266 $^{\circ}$. Posisi puncak-puncak tersebut bersesuaian dengan JCPDS 03-0058, JCPDS 12-0447, JCPDS 14.0164, JCPDS 05-0143, JCPDS 03-0052, JCPDS 02-0105 yang mengemukakan bahwa serapan intensitas difraksi pada puncak-puncak tersebut merupakan mineral kaolinit. Kaolin teraktivasi asam muncul puncak-puncak serapan intensitas difraksi didaerah 2θ 26,631 $^{\circ}$; 12,341 $^{\circ}$; 24,873 $^{\circ}$; 20,802 $^{\circ}$ dan

50,135° berdasarkan JCPDS 03-0058, JCPDS 12-0447, JCPDS 14.0164, JCPDS 05-0143, JCPDS 03-0052, JCPDS 02-0105 puncak-puncak tersebut merupakan puncak dari kaolinit.

Kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam memiliki bentuk difraktogram yang sama, akan tetapi memiliki nilai intensitas yang berbeda. Nilai intensitas pada kaolin yang diaktivasi menggunakan H_2SO_4 3M menunjukkan peningkatan dibandingkan dengan nilai intensitas pada kaolin alam sebelum diaktivasi. Peningkatan nilai intensitas tersebut menunjukkan bahwa telah terjadi peningkatan kristalinitas pada kaolin (Astuti & Maharani, 2010). Posisi kaolinit tertinggi berada di puncak 2θ 26,768° dan 2θ 26,631° pada kaolin alam dan kaolin teraktivasi asam. Mineral kaolinit tersebut merupakan komponen utama dari kaolin. Data tersebut menunjukkan bahwa kaolin teraktivasi asam dapat meningkatkan kandungan mineral kaolinit (Nurhadini dkk, 2019).

4.3 Pembuatan Komposit Kaolin Alam-Ampas Sagu Rumbia

Pembuatan komposit ampas sagu-kaolin alam menggunakan perbandingan 3:1 (Yunita, 2011). Proses pembuatan komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia dilakukan dengan menambahkan larutan H_2SO_4 3M dan diaduk selama 5 jam pada suhu 40°C. Fungsi H_2SO_4 3M pada proses komposit yaitu untuk memperluas serat dan pori-pori pada campuran tersebut sehingga daya adsorpsinya lebih maksimal, sedangkan proses pemanasan bertujuan untuk mempercepat reaksi dalam pembuatan komposit.

Komposit ampas sagu rumbia-kaolin alam disaring untuk memisahkan larutan dan residu. Residu yang dihasilkan dari proses penyaringan dicuci dengan akuades untuk membersihkan sisa asam. Ampas sagu rumbia-kaolin alam dioven selama 24 jam pada suhu 100°C. Pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kandungan H_2O pada campuran kaolin alam-ampas sagu rumbia agar diperoleh bobot yang tetap (Thata dkk, 2015). Selanjutnya ampas sagu rumbia-kaolin alam dihaluskan dan diayak. Penghalusan dan pengayakan dilakukan untuk memaksimalkan proses penyerapan dengan menghomogenkan dan memperkecil

ukuran partikel pada campuran kaolin alam-ampas sago rumbia (Syauqiah, 2016). Hasil komposit kaolin alam-ampas sago rumbia ditampilkan pada Gambar 4.8



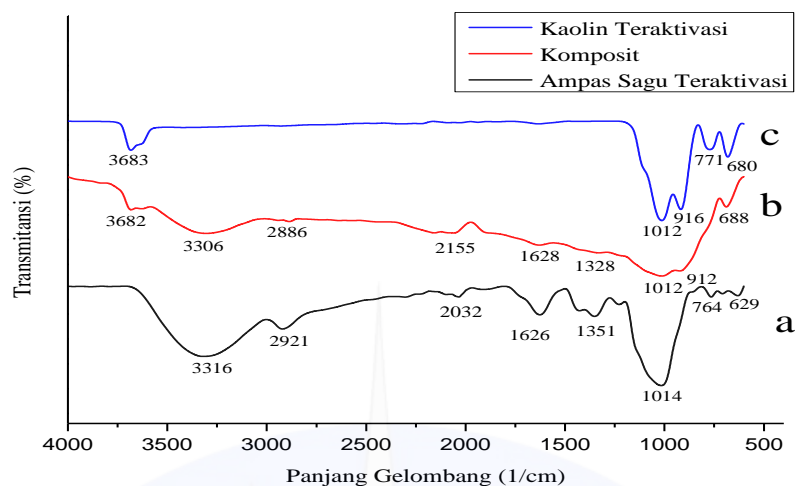
Gambar 4.8 Komposit kaolin alam-ampas sago rumbia

4.3.1 Analisis FTIR Kaolin Alam-Ampas Sago Rumbia

Komposit kaolin alam-ampas sago rumbia dikarakterisasi menggunakan spektrum FTIR yang bertujuan untuk mengetahui perbandingan gugus fungsi ampas sago rumbia setelah aktivasi, kaolin setelah aktivasi dan komposit kaolin alam-ampas sago rumbia berdasarkan bilangan gelombang dan puncak serapan yang dihasilkan (Istinanda, 2018). Spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) ampas sago rumbia setelah aktivasi, kaolin setelah aktivasi dan komposit kaolin alam-ampas sago rumbia dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.9

Tabel 4.4 Gugus Fungsi Ampas Sago Teraktivasi, Kaolin Alam Teraktivasi dan Komposit

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				
Ampas Sago Teraktivasi	Kaolin Teraktivasi	Komposit	Gugus Fungsi	Referensi
-	3683	3682	Vibrasi Al-OH	3679 ^a , 3690 ^c
3316	-	3306	OH	3299-3650 ^e , 3800-3553 ⁱ
2921	-	2886	Vibrasi ulur C-H	2850-3000 ^{e,i} , 2931 ^g
2032	-	2155	Vibrasi ulur C=C	2000-2260 ⁱ
1626	-	1628	C=C	1600-1680 ^e , 1500-1900 ⁱ
1351	-	1328	-O-	1300-1400 ^j
-	1012	1012	Vibrasi ulur Si-O	1003 ^a , 1010 ^b , 1001 ^c
-	916	912	Vibrasi ulur Al-OH	913 ^a , 912 ^b , 910 ^c , 911 ^d
-	680	688	Vibrasi ulur Si-O-Al	683 ^c



Gambar 4.9 (a) Spektrum FTIR Ampas Sagu Teraktivasi, (b) Komposit dan (c) Kaolin Teraktivasi

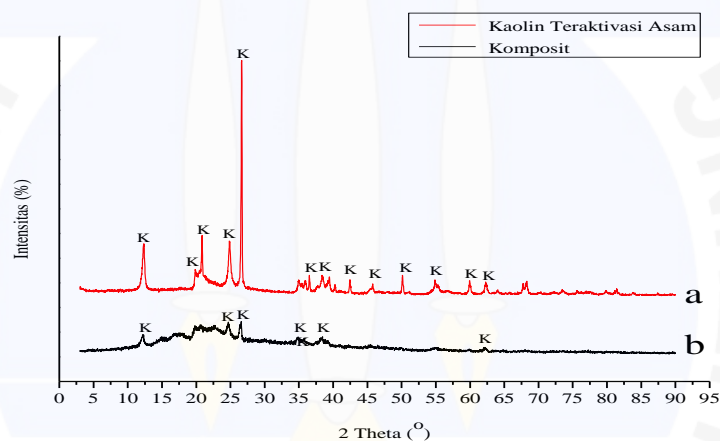
Spektrum FTIR komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia menunjukkan adanya gugus khas pembentuk selulosa yang merupakan kandungan dari ampas sagu rumbia yaitu gugus fungsi $-OH$ berada dibilangan gelombang 3306 cm^{-1} . Kerangka pembangun struktur senyawa selulosa dari ampas sagu rumbia yaitu vibrasi ulur $C-H$ yang berada dibilangan gelombang 2886 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1328 cm^{-1} adalah penghubung rantai karbon dalam selulosa yang berasal dari ampas sagu rumbia yaitu gugus $-O-$ (Monariqsa dkk, 2012). Selain senyawa selulosa pada campuran kaolin alam-ampas sagu rumbia juga menunjukkan adanya senyawa lignin yang berasal dari ampas sagu rumbia dibilangan gelombang 1628 cm^{-1} yaitu gugus $C=C$ (Yusuf, 2014).

Berdasarkan data komposit ampas sagu rumbia-kaolin alam menunjukkan adanya komponen utama dari kaolin alam yaitu mineral kaolinit yang terdapat pada bilangan gelombang 3683 cm^{-1} dan 688 cm^{-1} (Nmiri, 2017). Bilangan gelombang 3683 cm^{-1} merupakan vibrasi dari $Al-OH$ dimana gugus hidroksil OH terikat pada atom Al oktahedral yang berasal dari permukaan atau antar lapis pada silikat (Sunardi dkk, 2011), sedangkan bilangan gelombang 688 cm^{-1} merupakan vibrasi $Si-O-Al$. Bilangan gelombang 1012 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur dari $M-O$, M adalah Si atau Al yang melibatkan gerakan utama dari atom oksigen $Si-O$ dan merupakan serapan khas pada mineral kaolinit, selanjutnya pada bilangan gelombang 912 cm^{-1} merupakan vibrasi regangan $Al-OH$ (Nurhadini dkk, 2019).

Berdasarkan spektrum FTIR pada Gambar 4.9 menghasilkan gugus fungsi yang berasal dari komponen penyusun pada ampas sagu rumbia yaitu gugus -OH, C=C, C=C stertching dan -O-. Spektrum FTIR komposit juga menghasilkan serapan khas dari kaolin yaitu Vibrasi Al-OH, vibrasi ulur C-H, vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur Al-OH, vibrasi ulur Si-O-Al. Hal tersebut menunjukkan bahwa komposit kaolin alam ampas sagu rumbia berhasil disintesis.

4.3.2 Analisis XRD Kaolin Alam-Ampas Sagu Rumbia

Komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia dikarakterisasi menggunakan spektrum XRD bertujuan untuk mengetahui karakteristik komposit dan untuk membandingkan dengan kaolin alam teraktivasi. Hasil karakterisasi komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia ditampilkan pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 (a) Difraktogram XRD Kaolin Teraktivasi Asam dan (b) Komposit Kaolin Alam-Ampas Sagu Rumbia

Berdasarkan pola difraktogram pada komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia memperlihatkan masih terdapat puncak-puncak yang bersesuaian dengan puncak kaolin teraktivasi asam. Puncak difraksi tersebut berada pada nilai 2θ 26,556°; 24,72°; 12,22°. Pola difraktogram tersebut menunjukkan bahwa pembuatan komposit tidak merusak puncak khas dari kaolinit.

Pola difraktogram komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia memiliki struktur yang amorf. Fase amorf tersebut dikarenakan adanya komponen penyusun dari ampas sagu rumbia yaitu selulosa dan lignin yang memiliki struktur dasar amorf serta memiliki indeks kristalin yang rendah (Elanthikkal dkk, 2010).

Keberhasilan komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia pada data XRD dibuktikan dengan adanya puncak difraksi kaolin alam dan dengan terbentuknya fase amorf yang merupakan struktur dasar dari ampas sagu rumbia.

4.4 Pengambilan dan Preparasi Sampel Air Kolong

Sampel air kolong diambil dari Desa Penyak, Kecamatan Koba, Kabupaten Bangka Tengah. Untuk mendapatkan sampel yang representatif, pengambilan sampel air kolong dilakukan berdasarkan SNI 6989.59:2008 tentang metoda pengambilan contoh air limbah. Selanjutnya preparasi dan pengawetan sampel dilakukan berdasarkan SNI 06-6989.4-2004 tentang cara uji besi (Fe) dengan spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala. Sampel air kolong diuji menggunakan spektrofotometer serapan atom untuk mengetahui kadar logam Fe yang terdapat pada air kolong.

Kandungan logam Fe pada sampel air kolong sebesar 1,94 mg/L. Hasil tersebut melebihi batas maksimum logam Fe pada air. Berdasarkan PERMENKES RI No 32 Tahun 2017 Tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan dan Persyaratan Kesehatan Air batas maksimum kandungan logam Fe pada air yang digunakan untuk kebutuhan sehari-hari sebesar 1 mg/L.

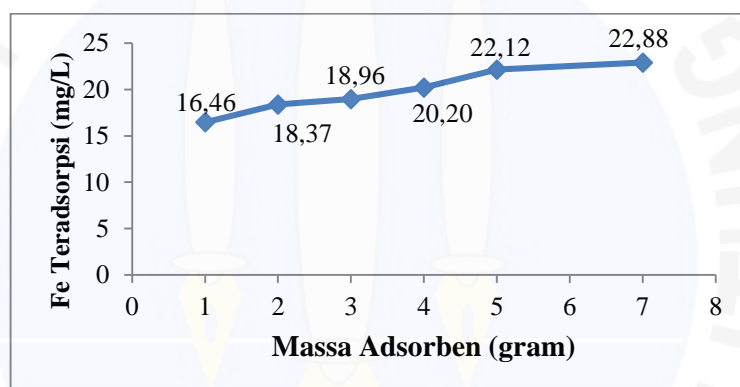
Hasil pengukuran kadar logam Fe dalam air kolong sebesar 1,97 mg/L sedangkan limit deteksi pada AAS sebesar 0,0011 mg/L, apabila digunakan sampel air kolong tersebut pada proses adsorpsi maka kapasitas adsorpsi Fe oleh adsorben tidak dapat dihitung, sehingga perlu ditambahkan larutan standar Fe untuk meningkatkan konsentrasi Fe pada sampel. Konsentrasi air kolong setelah ditambahkan FeCl_3 adalah 28,03 mg/L. Air kolong dengan penambahan standar Fe tersebut digunakan pada penentuan pengaruh massa adsorben dan waktu kontak.

4.5 Pengaruh Variasi Massa Terhadap Penyerapan Logam Fe

Adsorpsi logam Fe pada air kolong menggunakan komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia dilakukan dengan variasi massa 1 gram, 2 gram, 3 gram, 4

gram, 5 gram, 7 gram dan diaduk selama 45 menit pada larutan Fe sebanyak 50mL. Konsentrasi awal larutan Fe adalah 28,03 mg/L. Sampel hasil pengadukan diuji menggunakan AAS untuk mengetahui berapa banyak logam Fe yang tidak teradsorpsi. Variasi massa dilakukan untuk mengetahui pengaruh massa dalam mengadsorpsi logam Fe pada air kolong.

Pengukuran sampel hasil adsorpsi komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia terhadap variasi massa dibandingkan dengan kurva standar. Persamaan regresi yang didapatkan pada kurva standar larutan Fe adalah $y = 0,027x + 0,001$ dengan $R^2 = 0,999$. Y adalah nilai absorbansi dan x merupakan konsentrasi larutan Fe dalam satuan ppm (mg/L). Konsentrasi besi yang teradsorpsi diperoleh dari selisih konsentrasi larutan Fe awal dengan konsentrasi akhir larutan Fe. Pengaruh massa pada adsorben komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia terhadap konsentrasi Fe yang teradsorpsi ditampilkan pada Gambar 4.11



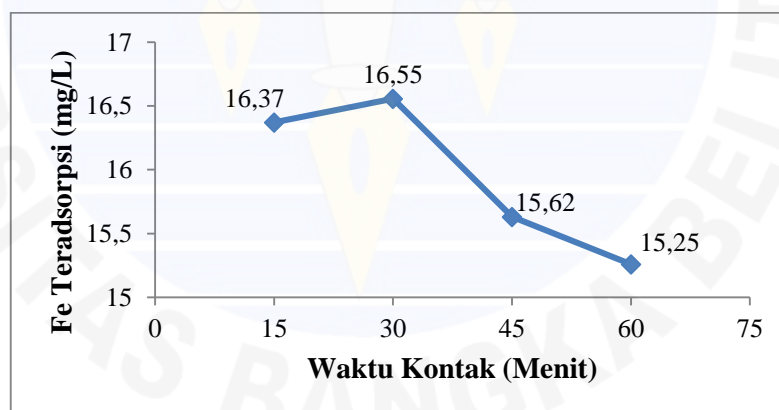
Gambar 4.11 Pengaruh Massa Adsorben Terhadap Jumlah Fe Teradsorpsi

Berdasarkan Gambar 4.11 adsorpsi logam Fe yang paling tinggi pada variasi massa 7 gram, hal ini dapat dilihat dari banyaknya ion logam Fe yang terserap pada permukaan komposit 7 gram yaitu 22,88 mg/L dengan efisiensi penyerapan mencapai 81,6%. Hasil penelitian ini menunjukkan terjadinya peningkatan adsorpsi logam Fe menggunakan komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia seiring dengan bertambahnya massa adsorben. Peningkatan adsorpsi terjadi karena gugus aktif adsorben masih memungkinkan terjadinya interaksi antara permukaan adsorben dengan ion logam. Selama situs aktif pada komposit belum melewati batas penyerapan maksimum atau belum jenuh maka daya serap terhadap logam Fe akan selalu meningkat (Susanti & Santoso, 2020).

Pengaruh variasi massa adsorben komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia menunjukkan hasil yang sama dengan penelitian Syamdeni (2019) dan Anggriawan dkk (2015), jika semakin banyak massa adsorben yang digunakan maka kapasitas adsorpsi terhadap ion logam semakin meningkat.

4.6 Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Penyerapan Logam Fe

Adsorpsi logam Fe pada air kolong menggunakan komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia dilakukan dengan variasi waktu kontak 15 menit, 30 menit, 45 menit dan 60 menit, hal ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu kontak dalam menyerap logam Fe pada air kolong. Pengujian variasi waktu kontak menggunakan massa 1 gram ke dalam 50mL air kolong dan distirer berdasarkan variasi waktu yang telah ditentukan. Filtrat hasil stirer diuji menggunakan AAS untuk melihat berapa banyak logam Fe yang tidak terserap dalam komposit tersebut. Konsentrasi awal larutan Fe adalah 28,03 mg/L. Hasil adsorpsi diperoleh dari selisih konsentrasi larutan Fe awal dengan konsentrasi sisa larutan Fe. Pengaruh variasi waktu kontak pada komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia terhadap konsentrasi Fe teradsorpsi dilampirkan pada Gambar 4.12



Gambar 4.12 Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Jumlah Fe Teradsorpsi

Berdasarkan Gambar 4.12 menunjukkan variasi waktu kontak memberikan pengaruh yang berbeda pada adsorpsi logam Fe. Pada waktu 15 menit konsentrasi Fe teradsorpsi terus meningkat hingga waktu 30 menit, sedangkan pada waktu 45 menit dan seterusnya konsentrasi logam Fe yang teradsorpsi menurun.

Pada waktu 15 menit kemungkinan waktu kontak gugus fungsi pada adsorben belum cukup untuk berinteraksi dengan adsorbat, sehingga masih

banyak gugus aktif dari komposit yang belum digunakan untuk mengadsorpsi ion logam Fe. Adsorpsi logam Fe paling tinggi sebesar 16,55 mg/L di waktu 30 menit, kemungkinan pada waktu kontak 30 menit adsorben dengan adsorbat membentuk banyak ikatan antara partikel komposit dengan ion logam Fe, sehingga gugus fungsi pada komposit yang berinteraksi dengan ion logam Fe mencapai kesetimbangan pada waktu 30 menit (Safrianti dkk, 2012). Penurunan konsentrasi Fe teradsorpsi terjadi pada waktu 45 menit dan seterusnya. Pada waktu 45 menit dan seterusnya kemungkinan adsorben sudah mencapai keadaan konstan untuk berinteraksi dengan ion logam Fe, sehingga semakin lama waktu kontak akan membuat terjadinya desorpsi atau adsorben yang cenderung melepas ion logam Fe dibandingkan dengan mengikatnya (Lestari, 2010).

Pengaruh variasi waktu kontak menggunakan adsorben komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia menunjukkan hasil adsorpsi logam Fe tertinggi pada waktu kontak 30 menit. Hasil tersebut bersesuaian dengan penelitian Nurcifera dkk (2016) dan Nugrahadhi (2020) adsorben mencapai kesetimbangan dalam mengadsorpsi logam pada waktu kontak 30 menit.

4.7 Kapasitas Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi

Data konsentrasi logam Fe yang teradsorpsi diperoleh dari hasil analisis menggunakan AAS. Kapasitas adsorpsi larutan Fe dapat dinyatakan dengan selisih konsentrasi larutan Fe awal dan konsentrasi sisa dalam larutan Fe. Sedangkan untuk mengetahui persentase penyisihan logam Fe menggunakan persamaan:

$$\%R = \frac{(C_0 - C)}{C_0} \times 100\%$$

%R (removal) merupakan persentase penyisihan, C_0 adalah konsentrasi awal (mg/L), C adalah konsentrasi akhir (mg/L). Persentase penyisihan logam Fe dari persamaan diatas merupakan hasil efisiensi adsorpsi.

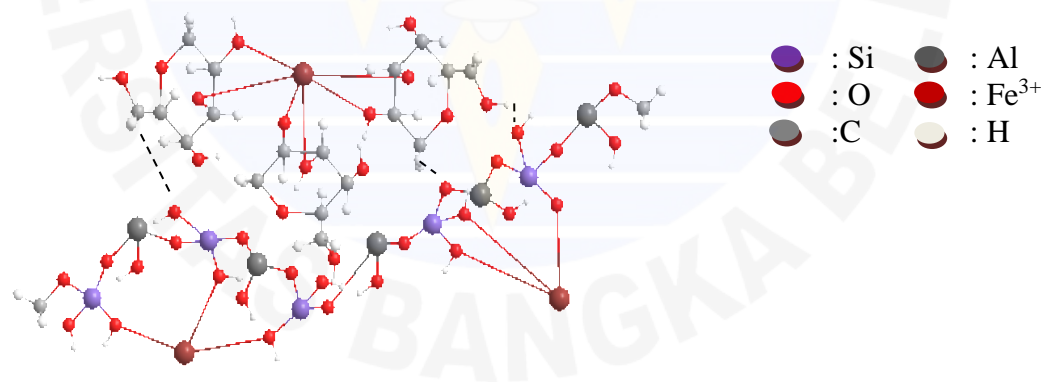
Kapasitas adsorpsi dan efisiensi adsorpsi logam Fe menggunakan adsorben ampas sagu setelah aktivasi, kaolin setelah aktivasi dan komposit kaolin alam ampas sagu rumbia ditampilkan pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Kapasitas Adsorpsi dan Efisiensi Adsorpsi

Sampel	Waktu	Konsentrasi awal	Adsorpsi	Efisiensi Adsorpsi
Ampas Sagu 1gr	45 menit	28,03 mg/L	4,29 mg/L	15,3%
Kaolin 1gr	45 menit	28,03 mg/L	5,24 mg/L	18,6%
Komposit 1gr	45 menit	28,03 mg/L	16,46 mg/L	58,7%

Kapasitas adsorpsi logam Fe menggunakan 1 gram komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia memiliki nilai 3x lebih besar jika dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi menggunakan 1 gram ampas sagu rumbia. Kapasitas adsorpsi komposit kaolin alam-ampas sagu rumbia sebesar 16,46 mg/L dan efisiensi penyerapan sebesar 58,7% sedangkan adsorpsi Fe menggunakan ampas sagu teraktivasi asam yaitu 4,29 mg/L dengan efisiensi penyerapan 15,3%. Hasil penelitian ini bersesuaian dengan penelitian Cici dkk (2017) bahwa adsorben komposit kaolin-ampas sagu menghasilkan kapasitas adsorpsi lebih tinggi 1,265 mg/g dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi ampas sagu 1,122 mg/g.

Reaksi antara selulosa dengan kaolin terjadi melalui ikatan hidrogen. Kaolin alam memiliki gugus fungsi Si-O yang dapat berikatan dengan atom H pada gugus -CH₂OH yang terdapat pada selulosa (Mahlani, 2012). Struktur komposit yang terjadi ditampilkan pada Gambar 4.13



Gambar 4.13 Ilustrasi Reaksi Pembentukan Komposit Kaolin Alam-Ampas Sagu Rumbia terhadap ion Fe³⁺ (Mahlani, 2016; Syamdeni, 2019; Taihuttu dkk, 2019 dengan modifikasi).

Berdasarkan Gambar 4.13 gugus -OH yang terdapat pada kaolin dan ampas sagu rumbia merupakan gugus yang memiliki kemampuan untuk berinteraksi dengan logam berat. Gugus -OH tersebut berperan sebagai pendonor pasangan

elektron atau basa lewis karena mempunyai elektron bebas sehingga dapat mengikat ion logam Fe^{3+} dan terjadinya pembentukan senyawa kompleks (Mandasari & Purnomo, 2016).

