

Lampiran 1. Skema Kerja

1. Aktivasi Kaolin

Kaolin dipanaskan pada temperatur 750°C selama 6 jam



Kaolin berubah menjadi metakaolin

2. Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Metakaolin (25 gr) dilebur dengan NaOH pellet (35 gr) pada T
500°C selama 15 menit



Leburan diberi akuades (Incipient wetness method)



Leburan didiamkan selama 24 jam hingga larut sempurna



Residu diencerkan masing-masing hingga volume 250 mL

3. Pembuatan Larutan Natrium Aluminat

NaOH pellet (30,5 gr) dilarutkan dengan akuades sambil
dipanaskan

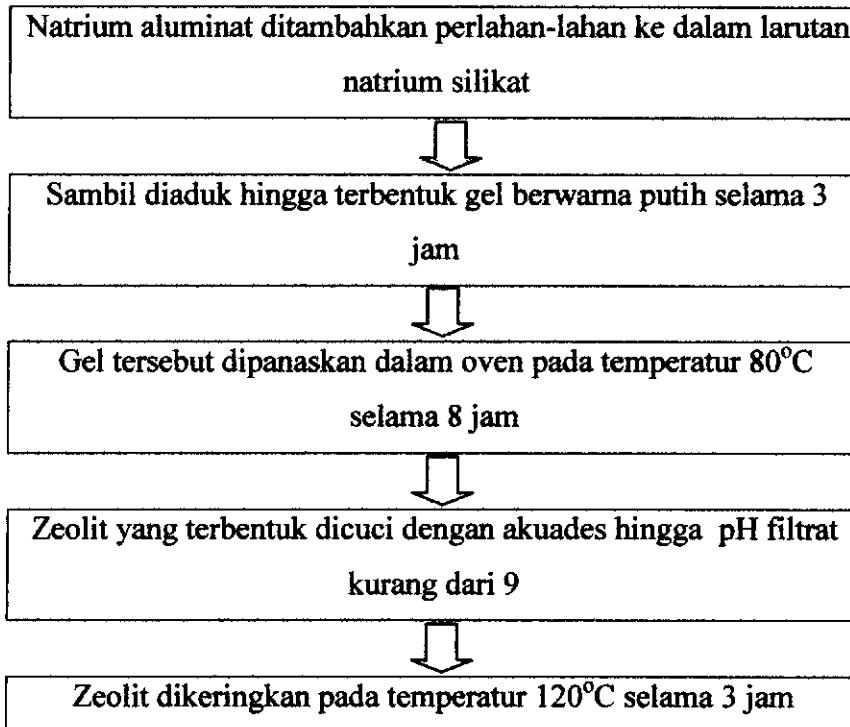


Ditambahkan Al(OH)₃ sebanyak 21,65 gr sambil diaduk hingga
larut

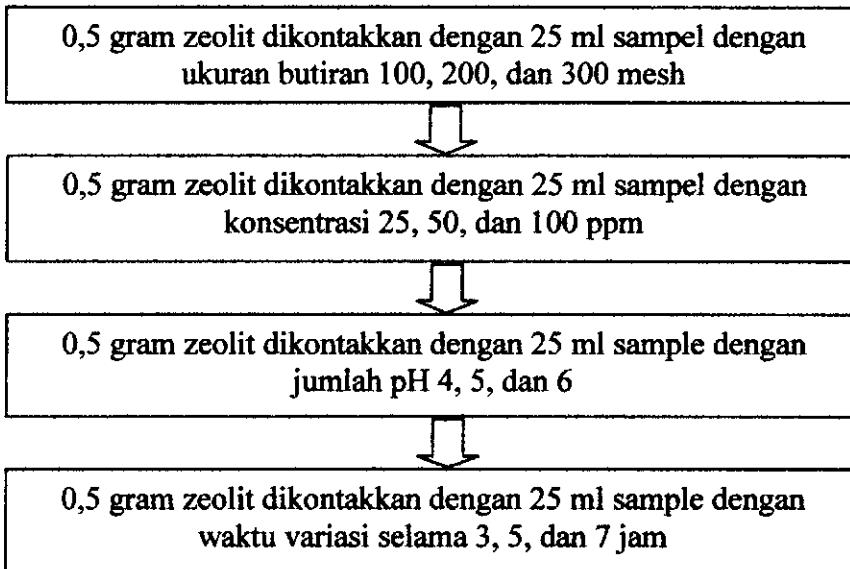


Diencerkan sampai volume 250 mL

4. Sintesis Zeolit

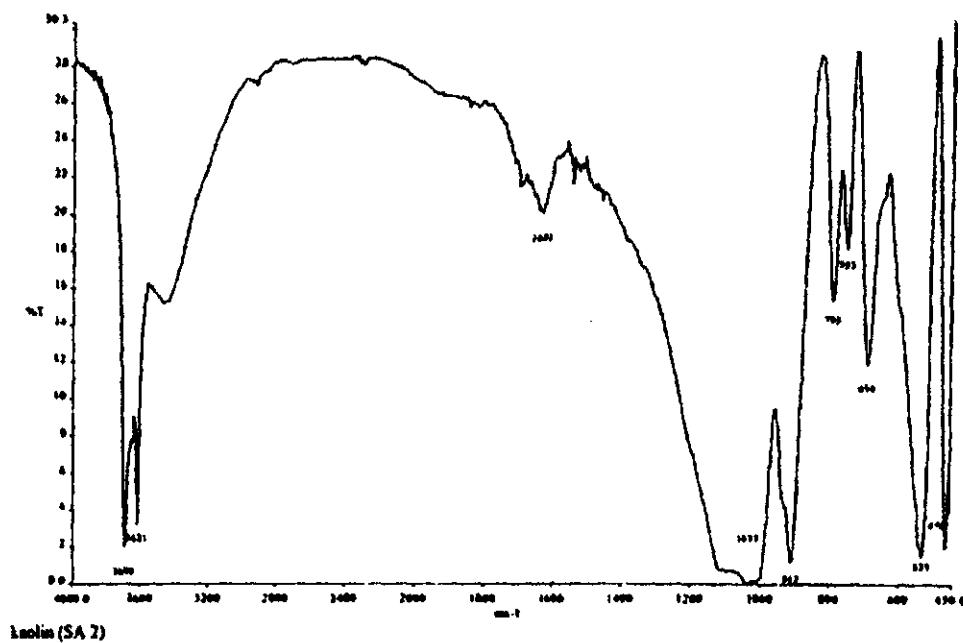


5. Karakterisasi Adsorpsi Abu Terbang Terhadap Logam Berat Pb

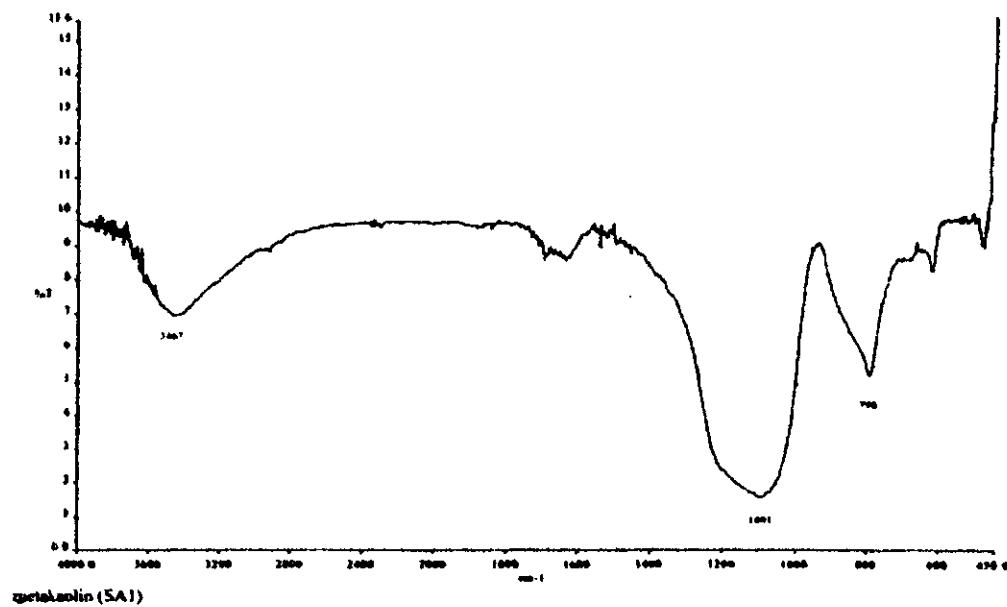


Lampiran 2. Spektrogram Kaolin

Spektrogram Kaolin

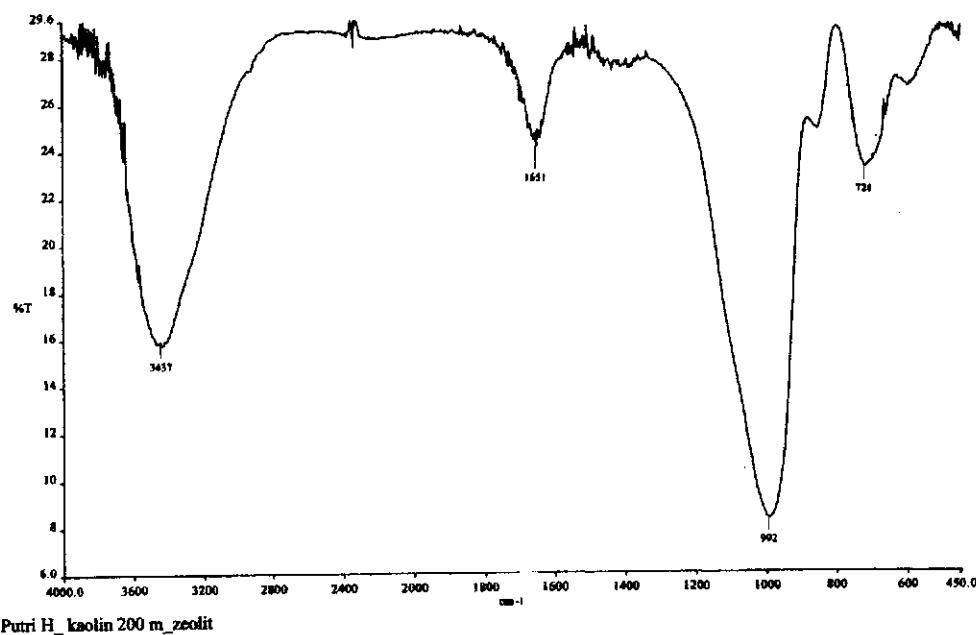


Spektrogram Metakaolin

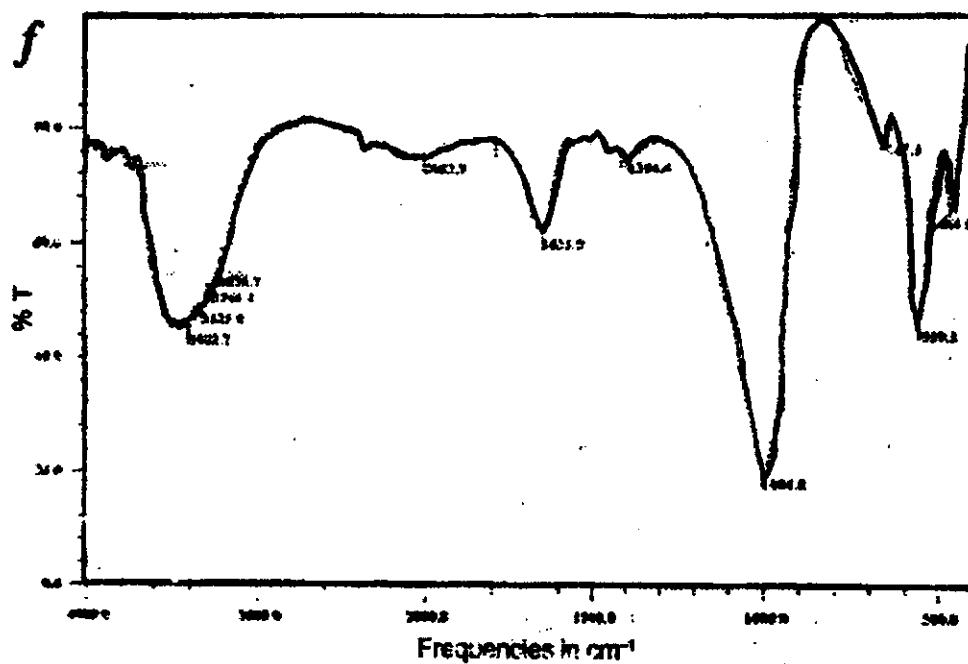


Lampiran 3. Spektrogram Zeolit A Sintesis dan Zeolit A Standar

Zeolit A Sintesis



Zeolit A Standar



Lampiran 4. Pembuatan Larutan Induk [Pb(NO₃)₂]

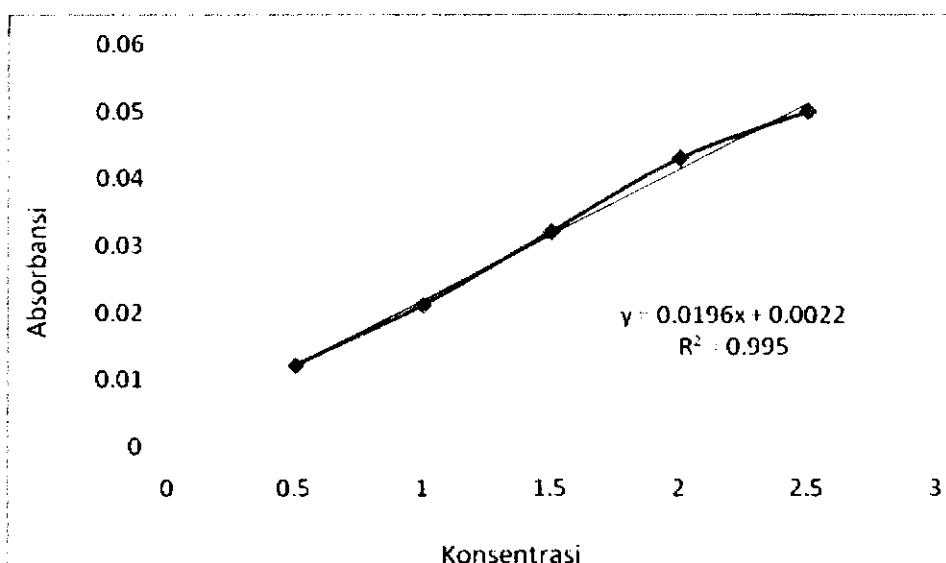
Dibuat larutan logam berat Pb dengan konsentrasi 1000 ppm
(larutan induk)

Dengan melarutkan 1,5985 gram Pb(NO₃)₂, ditambahkan 2 tetes HNO₃ pekat ditepatkan volumenya dengan akuades

Kemudian diencerkan menjadi 100 ppm, 50 ppm dan 25 ppm.

Kurva Larutan Standar Pb

Konsentrasi	Absorbansi
0.5	0.012
1	0.022
1.5	0.032
2	0.043
2.5	0.052



Lampiran 5. Hasil Pengukuran Penyerapan Logam Berat Pb

Konsentrasi sisa sampel berdasarkan ukuran butiran pada konsentrasi larutan 50 ppm

Ukuran Butiran (mesh)	Konsentrasi Sisa (ppm)	% Terserap
100	0.044	99.895
200	0.038	99.910
300	0.034	99.919

Konsentrasi sisa sampel berdasarkan variasi konsentrasi

Konsentrasi Awal(ppm)	Konsentrasi Sisa (ppm)	% Terserap
25	0.033	99.966
50	0.034	99.959
100	0.067	99.945

Konsentrasi sisa sampel berdasarkan pH, pada konsentrasi larutan 25 ppm

pH	Konsentrasi Sisa (ppm)	% Terserap
4	0.107	99.567
5	0.082	99.668
6	0.255	98.968

Konsentrasi sisa sampel berdasarkan waktu aktivasi

Waktu Aktivasi (jam)	Konsentrasi Sisa (ppm)	% Terserap
3	0.871	96.476
5	0.082	99.668
7	0.138	99.441

Kapasitas Penyerapan Pada kondisi Optimum

No	Parameter	Kondisi Optimum	Kapasitas Penyerapan (mg/g)
1	Ukuran Butiran	300 mesh	1.056
2	Konsentrasi	25 ppm	1.234
3	pH	5	1.231
4	Waktu Aktivasi	5 jam	1.231



Lampiran 6. Contoh Perhitungan % Terserap oleh Adsorben

Untuk ukuran butiran 300 mesh konsentrasi Pb 50 ppm. Konsentrasi ion sisa yang terdeteksi oleh SSA setelah dikontakkan dengan adsorben sebesar 0,034 ppm.

Diketahui : $C_o = 42,3 \text{ ppm}$

$$C_e = 0,034 \text{ ppm}$$

Ditanya : Berapa % terserap ?

Jawab :

C_o = Konsentrasi awal larutan

C_e = Konsentrasi sisa larutan

$$\% \text{ Terserap} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} &= \frac{42,3 \text{ ppm} - 0,034 \text{ ppm}}{42,3 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 99,959 \% \end{aligned}$$

Lampirann 7. Contoh Perhitungan Kapasitas Penyerapan (mg/g)

Untuk ukuran butiran 300 mesh sebanyak 0,5 gr zeolit, konsentrasi larutan Pb 25 ppm sebanyak 25 mL . Konsentrasi ion sisa yang terdeteksi oleh SSA setelah dikontakkan dengan adsorben sebesar 0,033 ppm.

Diketahui : Co = 24,72 ppm

$$Ce = 0,033 \text{ ppm}$$

$$V = 25 \text{ mL} = 0,025 \text{ L}$$

$$m = 0,5 \text{ gr}$$

Ditanya : Berapa kapasitas penyerapan nya (mg/g) ?

Jawab :

$$qe = \frac{Co - Ce}{s} = \frac{Co - Ce}{m/v}$$

$$= \frac{24,72 \text{ mg/L} - 0,033 \text{ mg/L}}{0,5 \text{ g}/0,025 \text{ L}} = 1,234 \text{ mg/g}$$



Lampiran 8. Isoterm adsorpsi freunlich dan Langmuir

Tabel serapan optimum dari semua variabel

konsentrasi (ppm)	konsentrasi optimum
24.72	0.082
42.30	0.099
123.5	0.528

Kapasitas adsorpsi ion Pb oleh zeolit dapat dihitung dari perbedaan antara konsentrasi awal dan konsentrasi akhir kesetimbangan.

$$q_e = \frac{C_i - C_e}{S}$$

Dimana q_e = konsentrasi Pb^{2+} yang terserap oleh zeolit (mg ion Pb/gr zeolit)

C_i = konsentrasi awal larutan Pb^{2+} (mg/L)

C_e = konsentrasi akhir larutan Pb^{2+} (mg/L)

S dapat dicari

$$S = m/v$$

Dimana : V = volume awal larutan $Pb(NO_3)_2$

m = massa zeolit yang digunakan (gr)

contoh perhitungan untuk konsentrasi 25 ppm

diketahui : C_i = 24,72 mg/L

C_e = 0,09 mg/L

S = 20 gr/L

Jawab : $q_e = \frac{C_i - C_e}{S}$

$$= \frac{24,72 \text{ mg/L} - 0,082 \text{ mg/L}}{20 \text{ gr/L}}$$

$$= 1,231 \text{ mg/gr}$$

Berikut adalah tabel isoterm Freundlich :

konsentrasi (ppm)/ C_e	$\ln C_e$	q_e (mg/g)	$\ln q_e$
0.082	-2.501	1.231	0.208
0.099	-2.312	2.110	0.746
0.528	-0.638	6.148	1.816

Dibawah ini adalah tabel isoterm Langmuir

konsentrasi (ppm)/Ce	qe (mg/g)	Ce/qe
0.082	1.231	0.066
0.099	2.110	0.046
0.528	6.148	0.085

Lampiran 9. Standarisasi Operation Prosedur FT-IR Spectrum One

A. Memulai Scan

1. Nyalakan instrumen dari komputer.
2. Setelah komputer dan instrumen selesai diinstalisasi, klik 2 kali pada *icon spectrum*.
3. Klik menu instrumen lalu pilih *scan*.
4. Pada halaman sampel, masukkan nama dari spektrum yang akan disimpan.
5. Pada halaman scan, masukkan rentang pada range, klik *scan type*, kemudian *duration*.
6. Klik *apply*, kemudian klik *scan* untuk memulai analisa.

B. Memulai Compare

1. Klik spektrum sampel yang akan dibandingkan.
2. Klik *icon set up* pada *window spectrum software*.
3. Pada halaman *type*, tentukan pembanding *spectra sampel* apakah dengan *directory* atau *standard*.
4. Jika dengan *directory* tentukan *directory* apa yang akan dipergunakan untuk membandingkan sampel, jika menggunakan standard tentukan standar apa yang akan digunakan untuk pembanding.
5. Klik *procces*, lalu pilih *compare*.

C. Memulai Search

1. Klik 2 kali icon *spectrum search*.
2. Klil *new search*, lalu pilih *spectrum*.
3. Tentukan spektrum yang ingin diketahui gugus fungsinya.
4. Klik *procces data*, lalu pilih *interactive interpretation* maka akan muncul gugus fungsi yang ada.

D. Memulai Quante

1. Klik 2 kali teori *Quante*.
2. Jika belum memiliki metoda, klik *create new method*.

3. Pada metoda *wizard description*, masukkan jumlah komponen dari setiap standar, lalu klik OK.
4. Pada metoda wizard standar, tentukan *spectrum standard*, lalu klik OK setelah semua standar dimasukkan.
5. Klik nama untuk memberikan nama pada setiap komponen dan masukkan konsentrasi setiap standar kolom masing- masing *spectrum standard*. Klik OK jika semua konsentrasi standar telah dimasukkan bagi setiap standar.
6. Pada *calculate* tentukan rentang spektrum yang akan dibuat, kalibrasi lalu klik OK.
7. Klik *validate*.
8. Lalu klik *predict*.
9. Pada nama sampel, klik *browse* untuk menentukan spektrum dari sampel lalu klik OK.
10. Hasil akan muncul pada *predict report*.

Lampiran 10. Untuk Pengujian AAS (Perkin Elmer)

1. Hidupkan power *ON* untuk menyalakan AAS.
2. Hidupkan kompresor
 - Tutup kran udara buangan kompresor (kran bawah).
 - Buka kran udara masuk (kran atas berwarna kuning).
3. Tunggu sampai display muncul dimonitor.
4. Buka kran gas asetilen.
5. Hidupkan alat penyedot udara (*Ex-Haust*).
6. Pada monitor display muncul icon *starup* pada *Technique* pilih *Flame* tekan *OK*.
7. Pasang lampu HCl atau EDL yang akan digunakan sesuai elemen yang diukur.
8. Pilih icon *Lamp*
 - Jika menggunakan lampu EDL untuk analisis logam timbal (Pb) dan Cadmium (Cd) pada *signal* pilih *Background Corrected AA*.
 - Jika menggunakan lampu HCl (untuk analisa logam Timbal (Pb) dan Cadmium (Cd) pada signal pilih *Atomic Absorption*.
 - Pada *element* pilih elemen yang diukur misalnya Pb, tekan OK.
 - Tekan *instal lamp* check list ON/OFF pada lampu yang digunakan misalnya Pb , tekan OK.
 - Tekan set up instrument, biarkan proses setting lampu selesai sampai diperoleh energi optimum (garis hijau penuh).
Catatan : Untuk lampu EDL unsur Pb panaskan lampu selama ± 30 menit.
9. Pilih icon *Parameter*
 - Tekan *Calibration*, atur :
 - a. Calibration equation : linear, intercept calculated.
 - b. Units : mg/L
 - c. Standard concentration
 - Figure after decimal : 3

d. concentration

isikan deret standar yang akan diukur misalnya 1:1 ppm, 2:2 ppm, 3:3 ppm dan 4:4 ppm.

Tekan spectrometer, atur :

Integration time (sec) : 3,0

Replicate : 3

Read Delay (sec) : 5

Print check list replicates

Sampling handling pilih Manual data Display

10. pilih icon tool, pilih Save methode, ketik nama metode misalnya Pb Test, tekan OK.

11. Pilih icon Flame

- Tekan ON agar Flame menyala.
- Tekan Auto Zero Graph, tunggu sampai adsorben nol. Ulangi lagi jika adsorben belum nol.

12. Pilih icon Analyze

- Tekan Print ON/OFF (lampu hijau menyala) agar hasil analisa dapat diprint out.
- Masukkan selang kedalam larutan blanko tekan Analyze Standard untuk melakukan pengukuran standar. Lakukan hal yang sama untuk larutan standar lainnya. Bilas selang dengan aquadest.

13. Tekan Display graph, untuk memprint hasil analisa dan kurva standar tekan print, tekan OK.

14. Pengujian selesai, matikan alat.

Cara mematikan alat :

1. Pilih icon Flame, tekan OFF agar nyala api mati.
2. Pilih icon Lamp, tekan Install Lamp hilangkan check list tang ditunjukkan pada unsur, misalnya Pb, tekan OK.
3. Matikan kompresor dan buka kran udara buangan (kearah kanan sampai berbunyi).
4. Tutup kran gas Asetilen searah jarum jam.

5. Pilih icon flame, tekan Bleed gas maka tekanan akan turun (tekan beberapa kali bleed gas sampai tekanan gas nol).
6. Matikan power AAS.
7. Matikan alat penyedot udara (Ex- haust).