

## KARAKTERISASI SUHU PEMANASAN SERBUK ZEOLIT UNTUK MENGIMOBILISASI UNSUR PB DALAM LARUTAN DENGAN ANALISIS MENGGUNAKAN *LASER INDUCED BREAKDOWN SPECTROSCOPY (LIBS)*

Aji Priyo Utomo<sup>1</sup>, Hery Suyanto<sup>1</sup>, Wayan Gede Suharta<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Udayana, Kampus Bukit Jimbaran, Badung, Bali Indonesia 80361.  
Email : [hery@unud.ac.id](mailto:hery@unud.ac.id)

### Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi suhu pemanasan serbuk zeolit untuk mengimobilisasi unsur Pb dalam larutan. Penelitian ini bertujuan untuk mencari kondisi optimum suhu yang digunakan untuk memanaskan serbuk zeolit dalam substrat KBr. Serbuk zeolit diaktivasi terlebih dahulu menggunakan NaOH 1 M. Setelah diaktivasi, serbuk tersebut dilarutkan dalam larutan Pb 1000 ppm dan dipanaskan sampai larutannya habis sehingga tersisa serbuk zeolit yang mengandung unsur Pb. Serbuk tersebut kemudian ditempelkan dalam KBr dan di pres dengan tekanan 400 kPa sehingga menjadi pelet. Setelah menjadi pelet, sampel kemudian dipanaskan dengan suhu 25°C, 40 °C, 60 °C dan 80 °C. Setelah dianalisis menggunakan LIBS, didapatkan suhu optimum untuk memanaskan sampel yaitu 60°C.

**Kata Kunci :** zeolit, imobilisasi unsur Pb, LIBS.

### Abstract

*A research on the characterization of the heating temperature of the zeolite powder to immobilize Pb element in the solution by using LIBS analysis. This research aims to determine the optimum condition to heated zeolite powder in the KBr substrate. Zeolite powder have to be activated with the NaOH 1 M. After been the activation, that powder has been solited in the Pb solution 1000 ppm and heating until the solution was used up so left the zeolite powder with the Pb element. Then, the powder patched on the KBr and pressed in the pressure 400 kPa so became the pellet. The pellet heated in the temperature 25°C, 40 °C, 60 °C and 80 °C. After analyzed using LIBS, obtained the optimum temperature to heating the sampel is 60°C.*

**Key Words :** zeolite, immobilize, LIBS

### I. PENDAHULUAN

Zeolit yang biasa ditemukan di alam merupakan zeolit yang masih tercampur dengan unsur-unsur pengotor. Hal ini akan mengurangi daya penyerapan dari zeolit tersebut. Untuk meningkatkan kemampuan imobilisasinya, maka batu zeolit perlu

diaktivasi terlebih dahulu<sup>4)</sup>. Selain itu ketika zeolit telah mengimobilisasi suatu unsur dalam larutan, maka ikatan ionnya harus diperkuat dengan cara dipanaskan.

*Laser induced breakdown spectroscopy (LIBS)* merupakan metode spektroskopi untuk analisis unsur yang

terkandung dalam suatu bahan. Ketika laser ditembakkan, sebagian kecil dari sampel terablasikan dengan kecepatan sangat tinggi sehingga menekan udara disekitarnya dan terbentuk plasma. Plasma ini berisikan elektron-elektron yang tereksitasi. Elektron-elektron yang tereksitasi cenderung kembali ke tingkat energi dasar sambil mengemisikan foton sesuai dengan jenis nsurnya. Foton ini ditangkap oleh detektor dan ditampilkan dalam bentuk grafik intensitas fungsi panjang gelombang<sup>5)</sup>.

Pada penelitian ini batu diubah menjadi serbuk zeolit dan dianalisis menggunakan LIBS. Untuk itu perlu diperhatikan kondisi optimum suhu pemanasan sampel agar dapat dianalisis dengan baik.

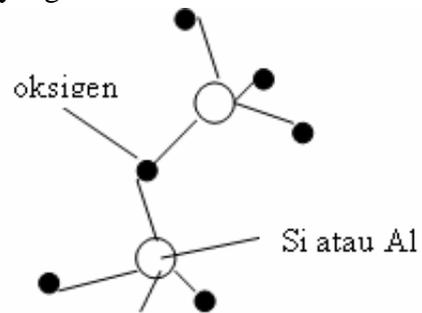
**II. TINJAUAN PUSTAKA**

Unit pembentuk zeolit yaitu SiO<sub>2</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berbentuk tetrahedral dengan setiap atom oksigen berada pada keempat sudutnya (Gambar 1). Penggantian Si<sup>4+</sup> oleh Al<sup>3+</sup> menyebabkan struktur zeolit bermuatan negatif. Keadaan ini perlu diaktifkan terlebih dahulu menggunakan kation (ion positif)

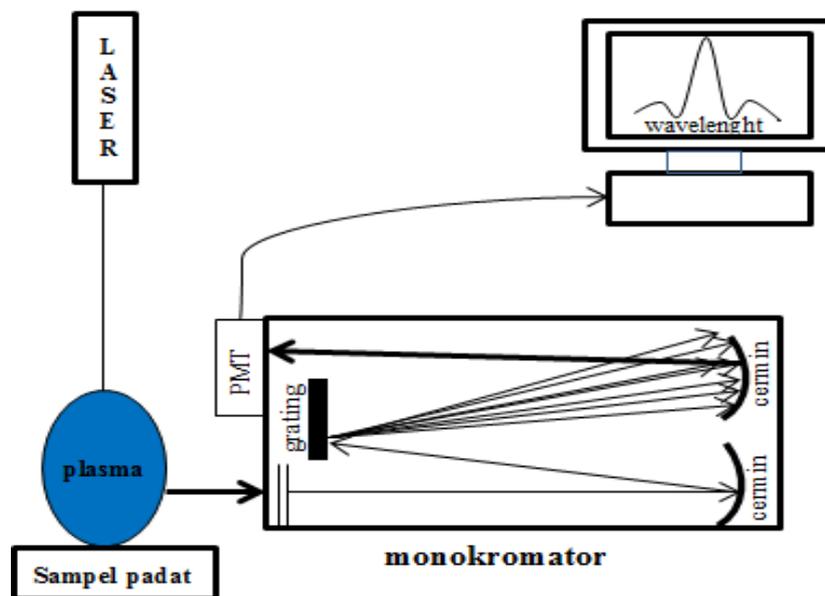
sehingga terjadi kesetimbangan muatan. Ion positif ini berasal dari Na<sup>2)</sup>.

Aktivasi zeolit dengan NaOH bertujuan untuk menghilangkan ion-ion pengotor yang ada dalam zeolit alam dan menggantinya dengan ion Na<sup>+</sup>. Setelah zeolit diaktivasi dengan NaOH, maka pengotor yang ada pada zeolit akan hilang sehingga kemampuan imobilisasinya meningkat<sup>3)</sup>.

*Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)* adalah metode spektroskopi untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur yang terkandung dalam sebuah bahan. LIBS dilakukan pada kondisi tekanan atmosfer. Teknik ini didasarkan pada analisis plasma. Plasma ini dihasilkan akibat sampel diiradiasi dengan laser. Cahaya yang



**Gambar 1** Unit penyusun zeolit<sup>2)</sup>



**Gambar 2** Skema sederhana LIBS

Laser Nd:YAG 1064 nm ditembakkan ke permukaan sampel. Sebelum ditembakkan, laser harus difokuskan terlebih dahulu ke permukaan sampel. Laser yang mengenai permukaan sampel akan membentuk plasma di atas permukaan sampel. Warna plasma sesuai dengan panjang gelombang emisi foton. Emisi foton masuk ke slit monokromator, kemudian diuraikan oleh *grating* atau kisi menuju cermin dan dipantulkan ke sensor dan diperkuat oleh *Photo Multiplayer Tube (PMT)*. Spektrum dengan panjang gelombang tertentu yang keluar dari PMT ditampilkan di layar komputer berupa intensitas dan panjang gelombang. Dari spektrum tersebut bisa dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif adalah identifikasi unsur-unsur atau molekul yang terkandung dalam bahan sedangkan analisis kuantitatif adalah kadar unsur-unsur atau molekul yang terkandung dalam bahan.

### III. METODE PENELITIAN

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu timbangan analitik, tungku pemanas, alat pengepresan, refluks, buret, gelas ukur, spluit 5 ml, termometer, tisu, pinset, larutan Pb 1000 ppm, larutan NaOH 1 M, batu zeolit yang diambil dari Penggajawa, Ende, NTT.

Batu zeolit diubah dalam bentuk serbuk dan disaring dengan ayakan berukuran 40 mesh atau berlubang dengan diameter 400  $\mu\text{m}$ . Tujuan dibuat serbuk adalah untuk memperluas interaksi permukaan batu dengan larutan. Serbuk zeolit diaktivasi dengan cara dicuci dengan aquades selama 3 kali pencucian dengan waktu sekali pencucian direndam selama 1x24 jam. Setelah itu serbuk zeolit direndam dengan larutan NaOH 1 M dan diaduk dengan suhu konstan 70°C selama 2 jam.

Setelah itu campuran serbuk zeolit dan NaOH didiamkan selama 1x24 jam kemudian dicuci dengan aquades untuk menetralkan PH-nya dan dikeringkan.

Setelah diaktivasi, serbuk zeolit dilarutkan dengan larutan Pb 1000 ppm dengan perbandingan 0,05 gram serbuk dengan 10 ml larutan. Campuran tersebut kemudian dipanaskan sambil diaduk sampai larutannya habis sehingga tersisa serbuk zeolit kering yang telah mengikat Pb.

Serbuk zeolit yang mengikat Pb kemudian di bentuk pelet dengan cara di tempelkan pada substrat KBr dan di pres dengan tekanan 400 kPa. Banyaknya serbuk zeolit dan serbuk KBr masing-masing adalah 0,05 gram dan 0,4 gram.

Pelet tersebut kemudian dipanaskan dengan berbagai suhu yaitu 25°C, 40 °C, 60 °C, dan 80 °C. Setelah dipanaskan, pelet dianalisis dengan LIBS yang ada di Laboratorium Riset Bersama FMIPA Universitas Udayana dengan spesifikasi: laser Nd:YAG ( $\lambda=1064$  nm, lebar pulsa 7 ns) spektrometer tipe HR 2500<sup>+</sup> (*spectra range 200-980 nm with 7 chanel*). Kemudian hasilnya diproses dengan menggunakan perangkat lunak OOLIBS dan ditampilkan pada perangkat lunak addLIBS. Data dari addLIBS diubah dalam bentuk angka kemudian diolah dengan menggunakan *Microsoft Excel*.

### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada proses penentuan suhu pemanasan ini, digunakan serbuk zeolit teraktivasi NaOH 1 M. Hal ini karena parameter yang divariasikan adalah suhu pemanasan sehingga digunakan konsentrasi aktivasi yang konstan. Serbuk zeolit teraktivasi NaOH 1 M dilarutkan pada larutan Pb 1000 ppm dan dipanaskan sambil

diaduk sampai larutan habis sehingga tersisa serbuk zeolit yang mengandung Pb. Serbuk zeolit tersebut kemudian di pres pada substrat KBr dengan tekanan 400 kPa sehingga menjadi pelet. Pelet serbuk zeolit dan KBr ini selanjutnya disebut sampel.

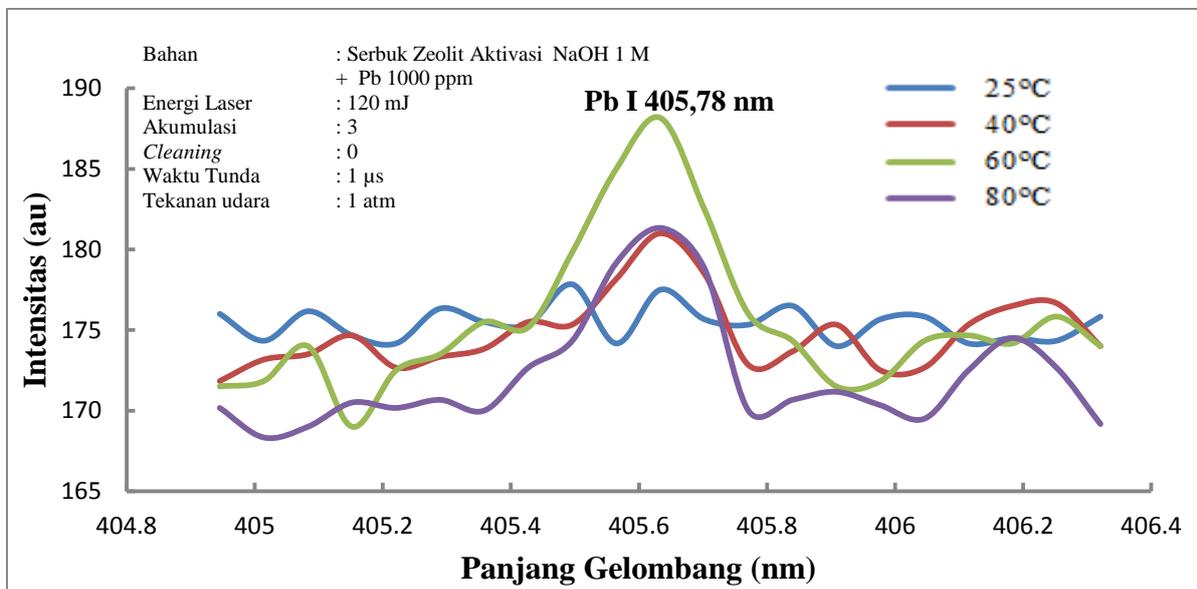
Sampel dipanaskan dengan tujuan untuk menguatkan ikatan ikatan ion dengan suhu bervariasi yaitu 25 °C, 40 °C, 60 °C, dan 80 °C. Sampel kemudian ditembak laser dengan energi 120 mJ, akumulasi 3 dan waktu tunda deteksi 1 μs. Hasil analisis data setelah dibuat grafik adalah seperti pada Gambar 2

Gambar 2 merupakan merupakan grafik intensitas fungsi panjang gelombang dari sampel zeolit yang sudah mengandung

unsur Pb. Pada grafik tersebut masih mengandung signal latar (*background*) lingkungan. Intensitas signal *background* ( $I_b$ ) dipilih pada panjang gelombang disekitar intensitas puncak yang mempunyai intensitas terendah. Intensitas emisi unsur Pb I 405,78 nm dapat dihitung dengan Persamaan 1.

$$I_{unsur} = I_{puncak} - I_{background} \quad (1)$$

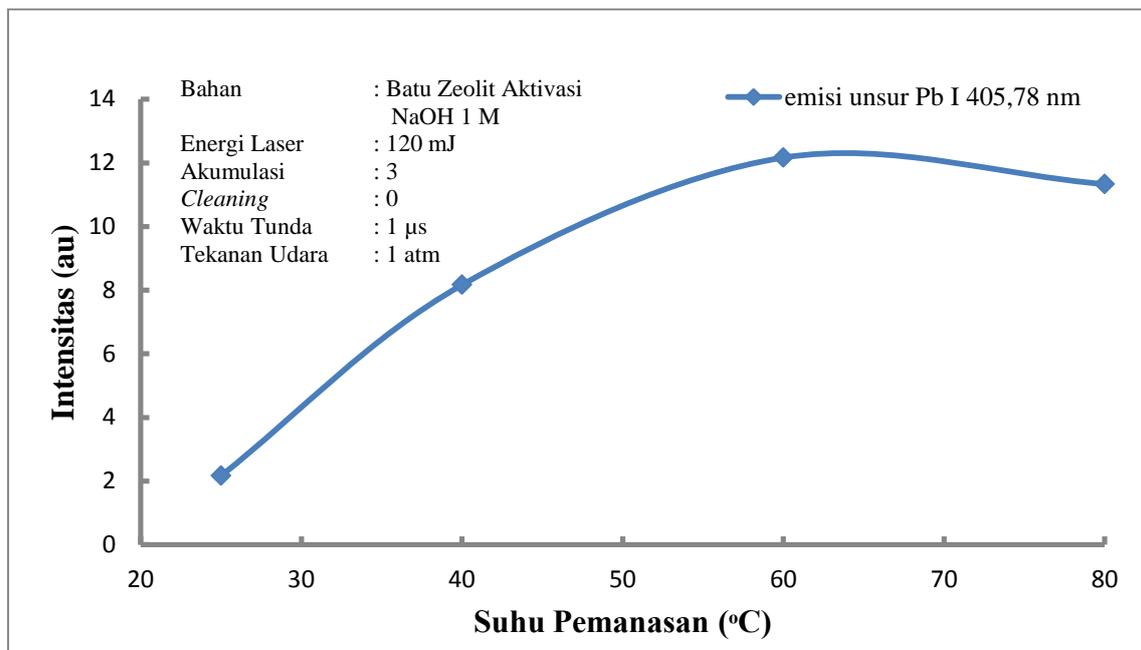
Hasil rata-rata intensitas emisi foton unsur Pb pada panjang gelombang 405,78 nm setelah dikurangi *background* di tunjukkan seperti pada Tabel 1.



**Gambar 2** Grafik intensitas fungsi panjang gelombang emisi unsur Pb I 405,78 nm untuk variasi suhu pemanasan sampel

**Tabel 1.** Hasil pengurangan Intensitas Puncak ( $I_{puncak}$ ) dengan Intensitas *Background* ( $I_{background}$ ) emisi unsur Pb untuk variasi suhu pemanasan sampel

I	Panjang Gelombang (nm)	Intensitas Emisi (au)			
		25°C	40°C	60°C	80°C
$I_{puncak}$	405,633	177,50	181,00	188,17	181,33
$I_{background}$	405,771	175,33	172,83	176,00	170,00
	$I_{Pb}$	2,17	8,17	12,17	11,33



**Gambar 3** Grafik intensita emisi unsur PB I 405,78 nm fungsi suhu pemanasan

Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui bahwa intensitas tertinggi berada pada suhu 60°C. Selanjutnya intensitas emisi unsur Pb I 405,78 nm pada Tabel 2 dibuat grafik intensitas fungsi suhu pemanasan yang hasilnya seperti pada Gambar 2.

Pada Gambar 3 terlihat bahwa intensitas emisi unsur Pb 405,78 nm yang ditimbulkan akibat penembakan sampel oleh laser terus meningkat seiring dengan meningkatnya suhu pemanasan. Hal ini disebabkan semakin tinggi suhu yang diberikan, maka ikatan antar ion akan semakin kuat dan akan memberikan gaya pantul yang lebih besar saat ditembak laser sehingga banyak atom-atom yang tereksitasi dan menyebabkan intensitas yang ditimbulkan semakin tinggi. Akan tetapi setelah melewati suhu 60°C, intensitas emisi unsur Pb I 405,78 nm semakin menurun. Hal ini disebabkan oleh lepasnya ikatan ion Pb yang terimobilisasi oleh serbuk zeolit. Untuk itu suhu pemanasan optimum digunakan untuk pemanasan sampel adalah 60°C.

## V. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa suhu yang optimum untuk memanaskan sampel adalah 60°C.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih penulis haturkan kepada pihak-pihak yang telah membantu demi terselesaikannya penelitian ini yaitu yang pertama kepada Bapak Dr. Ir. Hery Suyanto, M.T. dan Bapak Dr. Drs. Wayan Gede Suharta, M. S.i. yang telah membimbing selama penelitian. Kedua, kepada LPPM Universitas Udayana melalui kontrak nomor 104.35/UN14.2/PNL.01.03.00/2014 yang telah membiayai penelitian ini dalam hal penggunaan alat dan bahan yang digunakan. Ketiga, kepada orang tua, rekan-rekan mahasiswa Fisika Universitas Udaya yang selalu mendoakan dan mendukung selama penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- Khumaeni, Ali. Dkk. 2006. *Perhitungan Rasio Intensitas Ca (II) 396,8 nm dan Ca (I) 422,6 nm pada Sampel Tasbih Asli dan Imitasi menggunakan Metode Laser Induced Shockwave Plasma (LISPS)*. Jurnal Berkala Fisika vol. 9, No. 2, April 2006, hal 55-62, ISSN: 1410-9662.
- Kundari, Noor Anis., Wiyuniati, Slamet. 2008. *Tinjauan Kesetimbangan Tembaga Dalam Limbah Pencuci PCB dengan Zeolit*. Seminar Nasional IV Teknologi Nuklir Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008. ISSN 1978-0176.
- Kurniasari, Laeli, dkk, 2011. *Aktivasi Zeolit Alam Sebagai Adsorben Pada Alat Pengering Bersuhu Rendah*. Reaktor. Vol. 13 No. 3, Hal. 178-184.
- Sugiarti., Amiruddin, St. Zaenab. 2008. *Pengaruh Jenis Aktivasi Terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit pada Ion Kromium (VI)*. Jurnal Chemica Vol. 9, Nomor 2, Desember 2008, 20-25.
- Suyanto, Hery. 2013. *Identifikasi Unsur Utama Penyusun Permukaan Bahan Baja Ringan dengan Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)*. Bukit Jimbaran: FMIPA Universitas Udayana.