

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI TOKSIN PADA KAOLIN UNTUK PENYAKIT DIARE

Priska Primandini¹, Aliya Nur Hasanah¹, Wisnu A. A.²,
Emil Budianto³ dan Sudirman^{2,3}

¹Fakultas Farmasi - UNPAD
Jatinangor, Sumedang

²Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

³Jurusan Kimia, FMIPA - UI
Kampus Baru UI, Depok

ABSTRAK

PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI TOKSIN PADA KAOLIN UNTUK PENYAKIT DIARE. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi kaolin sebagai bahan adsorpsi toksin untuk penyakit diare. Kemampuan adsorpsi merupakan salah satu faktor penting dalam menentukan efektivitas adsorben. Setiap adsorben memiliki kekuatan yang berbeda tergantung kemampuan adsorpsinya. Kaolin dikalsinasi pada suhu 400 °C, 600 °C, dan 800 °C. Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari perubahan karakter kaolin setelah kalsinasi terhadap kemampuan adsorpsinya. Karakterisasi sampel meliputi analisis fasa, uji densitas, uji porositas, dan uji adsorpsi terhadap logam timbal sebagai media toksin. Disimpulkan bahwa kaolin yang memiliki tingkat kemampuan adsorpsi tertinggi adalah kaolin yang dikalsinasi pada suhu 400 °C dengan karakteristik mengandung fasa *kaolinite*, derajat kristalinitas sebesar 76,59 %, memiliki densitas sebesar 2,6275 g/mL, porositas optimum sebesar 75 %, dan kemampuan adsorpsi terhadap logam timbal sebesar 99,7325 %. Kemampuan adsorpsi kaolin yang dikalsinasi pada suhu 400 °C jauh lebih baik dibandingkan dengan bahan kaolin tanpa kalsinasi. Sehingga diharapkan dapat lebih efektif digunakan untuk menyembuhkan diare.

Kata kunci: Kaolin, Kalsinasi, Fasa, Densitas, Porositas, Adsorpsi

ABSTRACT

THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE ON TOXIN ADSORPTION MATERIALS FOR DIARRHEAL DISEASES. The synthesis and characterization of kaolin as a toxin adsorption material for diarrheal diseases has been performed. Adsorption ability is one important factor in determining the effectiveness of the adsorbent. Each adsorbent has different strengths depending on the adsorption capacity of each. The kaolin has been calcined at 400 °C, 600 °C, and 800 °C. The purpose of this study was to examine the changing character of the kaolin after calcination on the adsorption capacity. The characterization of samples includes the analysis phase, density test, porosity test, and the adsorption test of metal timbale as a medium toxin. We concluded that the kaolin has the highest adsorption capability level is a kaolin has been calcined at 400 °C with characteristic are kaolinite phase containing, degree of crystallinity of 76.59 %, has a density of 2.6275 g/ mL, the optimum porosity of 75 %, and the adsorption capacity of lead metal of 99.7325 %. The adsorption capacity of kaolin have been calcined at 400 °C is much better than the kaolin without calcinations and expected to be more effectively used to cure diarrhea.

Keywords: Kaolin, Calcination, Phase, Density, Porosity, Adsorption

PENDAHULUAN

Adsorpsi adalah suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas, terikat kepada suatu padatan atau cairan (zat penjerap, adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis atau film (zat terjerap, adsorbat) pada permukaannya. Adsorpsi melibatkan interaksi antara molekul yang bergerak (cairan atau gas)

dengan molekul yang relatif diam. Adsorben adalah suatu zat yang mampu mengikat molekul lain pada permukaannya dengan cara fisika atau cara kimia (kemisorpsi) [1]. Apabila adsorben dimasukkan ke dalam larutan senyawa, maka pada permukaan adsorben akan terjadi kenaikan konsentrasi senyawa secara gradual.

Sementara itu, akan terjadi penguraian konsentrasi pada larutan, sehingga terjadi kesetimbangan antara laju adsorpsi dan laju desorpsi [2].

Mekanisme adsorpsi dapat dibagi menjadi 2, yaitu adsorpsi fisik atau adsorpsi yang disebabkan oleh gaya *Van der Waals* seperti ikatan hidrogen dan adsorpsi kimia. Adsorpsi kimia lebih kuat dibandingkan dengan adsorpsi fisik, hal ini disebabkan oleh adanya ikatannya yang kompleks dan terjadi pertukaran ion [3].

Peristiwa adsorpsi sering digunakan dalam penyiapan bentuk sediaan suspensi, adsorpsi obat dalam tubuh, pengawetan makanan dengan silika gel, dan kromatografi [4]. Di Industri farmasi, salah satu adsorben yang sering digunakan untuk menghentikan diare adalah kaolin. Kaolin adalah aluminium silikat hidrat alam, yang bebas dari sebagian besar cemaran. Kaolin dibuat dengan cara elutriasi dan kemudian dikeringkan. Kaolin juga mengandung zat pendispersi yang baik. Kaolin umumnya berbentuk serbuk, berwarna putih bercahaya, ringan, dan tidak berbau. Kaolin praktis tidak dapat larut di dalam air, sehingga kaolin dapat digunakan sebagai pelapis dinding usus (mukosa gastrointestinal), dengan fungsi sebagai adsorben yang dapat menyerap toksin dan bakteri dalam saluran pencernaan [5].

Adsorpsi karbon aktif dapat ditingkatkan dengan proses pemanasan yang optimal [6]. Pada proses pemanasan dapat menyebabkan pori-pori adsorben menjadi lebih terbuka. Namun pemanasan yang terlalu tinggi dapat menyebabkan rusaknya adsorben sehingga kemampuan adsorpsinya menjadi menurun [7-9].

Pada penelitian ini akan dilakukan proses pemanasan atau kalsinasi yang diharapkan dapat meningkatkan adsorpsi pada bahan kaolin tersebut. Namun suhu kalsinasi yang optimal untuk mendapatkan tingkat adsorpsi terbaik dari kaolin ini belum dapat ditentukan. Tujuan penelitian ini untuk memperoleh suhu kalsinasi yang optimum agar dapat diperoleh tingkat adsorpsi yang terbaik pada bahan kaolin.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Bahan yang digunakan adalah *aquadest*, asam nitrat pekat (HNO_3) (*Merck*), kaolin (*Brataco*), Metanol (*Brataco*) dan $\text{PbSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*)

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia analitik, kertas timbang, *membrane filter*, penjepit kayu, piknometer, Porosimeter (*Fisher Sub-Sieve Sizer*), *X-Ray Diffractometer (XRD) Philip* tipe PW1710, Spektrofotometer Serapan Atom (*Shimadzu, AA-6501S*), Tanur Listrik *furnace (Nabertherm)* dan Timbangan Elektronik (*Mettler Toledo*).

Cara Kerja

Preparasi Sampel

Berat kering sampel kaolin yang digunakan pada proses kalsinasi yaitu sebanyak 200 gram untuk setiap perlakuan sampel. Kalsinasi dilakukan dengan cara memanaskan kaolin menggunakan *furnace* dengan variasi suhu pada 400 °C, 600 °C, dan 800 °C masing-masing selama 6 jam.

Analisis Fasa dengan Difraksi Sinar-X

Analisis kualitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diukur menggunakan alat *X-Ray Diffractometer (XRD) Philip* tipe PW1710. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-X dari *tube anode Cu (Copper)* panjang gelombang (λ) = 1,5406 Å, *Mode = Continuous-scan*, *Step size* = 0,02° dan *time per step* = 0,5 detik. Profil difraksi sinar-X dianalisis menggunakan perangkat lunak *Match*.

Pengujian Densitas

Densitas sampel kaolin diuji dengan menggunakan metode berat tetes menggunakan piknometer. Sebelumnya volume piknometer diukur terlebih dahulu dengan cara mengisi dengan *aquadest* sampai penuh (*aquadest* mengisi pipa kapiler pada tutup piknometer). Sebelumnya piknometer kosong ditimbang. Lalu untuk mencari volume dari piknometer digunakan kerapatan *aquadest*. Massa *aquadest* suling (dari selisih berat piknometer diisi *aquadest* dan berat piknometer kosong) dan volumenya dapat dicari dari kerapatan *aquadest*. Dengan rumus $\rho = m/v$, maka dapat dilakukan perhitungan untuk volume *aquadest* dalam piknometer dan massa *aquadest* ditentukan dari perbedaan massa piknometer ketika terisi *aquadest* dan kosong.

Setelah mengetahui volume dari piknometer dapat ditentukan kerapatan dari masing-masing larutan. Melalui rumus yang sama dan massa diperoleh dari perbedaan massa dari piknometer kosong dengan piknometer yang terisi penuh zat. Namun untuk pengukuran densitas sampel kaolin sebanyak 1 gram dilarutkan dalam metanol dengan ρ_{metanol} sebesar 0,788 g/mL.

Pengujian Porositas

Kondisi alat porosimeter yang digunakan untuk menganalisis ukuran pori sampel kaolin, diperlihatkan pada Tabel 1. Pengujian porositas optimum terhadap setiap sampel kaolin dilakukan dengan cara sampel kaolin ditimbang sebanyak 5 gram sampai ketelitian 0,01 gram. Pengujian nilai porositas optimum menggunakan alat Porosimeter (*Fisher Sub Sieve*). Sampel kaolin yang akan diuji diletakkan diatas tabung cuplikan sampel, kertas saring tersebut kemudian didorong ke dalam tabung dengan sumbatan berpori sedalam 5 mm. Bagian sumbat

Tabel 1. Kondisi porosimeter dalam analisis ukuran pori sampel kaolin.

Rentang Pengukuran	0.20-100 μm (micron)
Rentang Porositas	0.25-0.40, 0.40-0.80, 0.80-0.95
Perulangan	$\pm 3\%$
Suhu lingkungan	$25 \pm 10^\circ\text{C}$
Ketepatan	$\pm 3\%$
Daya	30W
Power supply	$220 \pm 22\text{V}$
Ukuran	$735 \times 414 \times 244 \text{mm}^3$

yang berlubang-lubang melekat pada kertas saring dengan baik. Letakkan tabung cuplikan sampel tegak lurus pada penyangga karet dengan posisi kertas saring terletak disebelah atas sumbatan. Kertas saring kedua diletakan bagian atas tabung cuplikan sampel dan sumbatan ditekan sampai masuk ke dalam alat porosimeter. Selanjutnya diamati kenaikan permukaan cairan dalam tabung manometer hingga mencapai tinggi maksimum dari 30 detik hingga beberapa menit, tergantung kepada ukuran partikel.

Pengujian Kemampuan Adsorpsi Kaolin

Sampel kaolin ditetapkan nilai kemampuan adsorpsinya secara *in vitro* dengan menggunakan spektroskopi serapan atom. Persiapan sampel dilakukan dengan sebanyak 5 mL sampel larutan uji ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Selanjutnya, sampel didiamkan selama 24 jam dan kemudian disaring. Hasil penyaringan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan *aquadest* hingga tanda batas.

Sebelumnya ditetapkan kondisi kondisi alat spektrofotometer serapan atom yang digunakan untuk menganalisis kadar logam timbal, seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

Untuk menentukan kemampuan adsorpsi kaolin, dilakukan pembuatan kurva baku dari larutan stok Pb 100 ppm. Larutan stok dibuat dengan cara memasukkan 10,362 gram $\text{PbSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan *aquabidest* sampai tanda batas. Selanjutnya larutan standar Pb sebesar 5 ppm, 10 ppm dan 15 ppm, dibuat dengan cara memindahkan 0,5 mL, 1,0 mL dan 1,5 mL larutan baku 100 ppm ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas. Dari grafik kurva baku hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) diperoleh persamaan regresi linier seperti Persamaan (1) :

$$Y = aX + b \dots\dots\dots (1)$$

Tabel 2. Kondisi spektrofotometer serapan atom dalam analisis kadar timbal.

Kondisi	Parameter Timbal
Panjang Gelombang	283,3 nm
Lampu Katoda	Pb
Tipe Gas	Udara- C_2H_2
Aliran Gas	1,8 L/m
Arus Lampu	6 Ma
Lebar Celah Api	0,5 nm
Tinggi Api	7 mm

Dimana:

Y = Absorbansi sampel

a = Slope

X = Konsentrasi sampel

b = Intersept

Dari Persamaan (1) maka dapat diketahui konsentrasi (C) sampel yang sebenarnya dengan menggunakan Persamaan (2) :

$$C_{\text{Sebenarnya}} = C_{\text{pembacaan}} \times \text{faktor pengenceran} \dots (2)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

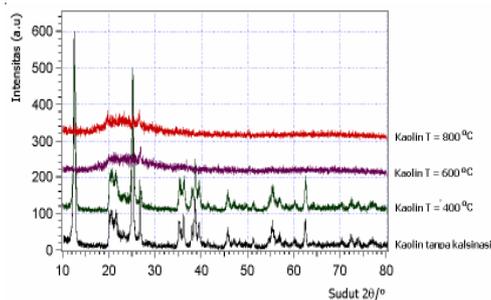
Analisis Fasa

Pada Gambar 1 diperlihatkan profil difraksi sinar-X pada sampel kaolin tanpa kalsinasi dan dengan kalsinasi pada suhu 400 °C, 600 °C dan 800 °C. Pada Gambar 1 tampak bahwa profil difraksi sinar-X sampel kaolin pada awalnya sebelum dikalsinasi menunjukkan puncak-puncak yang relatif tajam-tajam sampai pada suhu kalsinasi 400 °C, namun kemudian setelah dikalsinasi 600 °C hingga 800 °C puncak-puncak tajam tersebut hilang yang diduga sampel mengalami perubahan fasa.

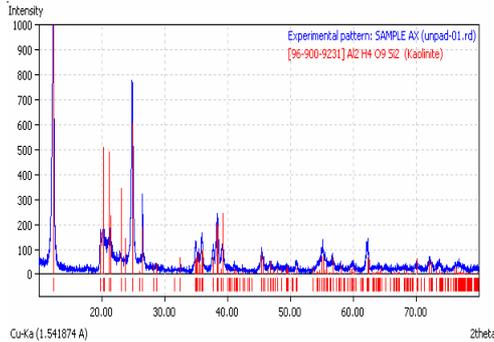
Kaolin ketika mengalami proses pemanasan akan melewati dua tahap kehilangan berat. Pada tahap kesatu, *low temperature* (25 °C hingga 650 °C) bahwa kaolin akan mengalami kehilangan molekul air dan tahap kedua, *high temperature* (655 °C hingga 1365 °C) bahwa kaolin akan terdekomposisi [10]. Kaolin yang berbasis aluminium silikat akan mengalami perilaku termal yang *reversibel* dan akan mengalami kerusakan struktur setelah melewati kehilangan berat pada tahap kedua [11].

Dan berdasarkan Gambar 2 dan Gambar 3 tersebut dapat diasumsikan bahwa sampel kaolin tanpa kalsinasi tersebut tidak menghadirkan fasa asing.

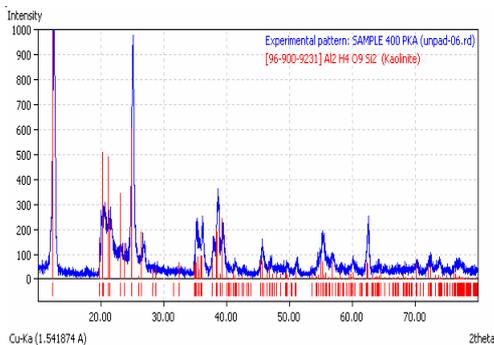
Dari Gambar 2 dan Gambar 3 menunjukkan bahwa telah terbentuk puncak-puncak difraksi Bragg yang diduga merupakan fasa *kaolinite*. Identifikasi fasa *kaolinite* ($\text{Al}_2\text{H}_4\text{O}_9\text{Si}_2$) ditunjukkan dari hasil penelitian sebelumnya yaitu ICDD 96-900-9231 [12]. Pada Gambar 4 diperlihatkan identifikasi fasa profil difraksi sinar-X dari sampel kaolin yang dikalsinasi pada suhu 600 °C. Sedangkan Gambar 5 memperlihatkan identifikasi



Gambar 1. Profil difraksi sinar-X dari sampel kaolin



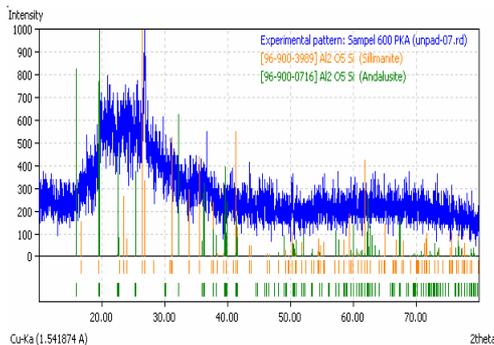
Gambar 2. Identifikasi fasa kaolinite dari sampel kaolin tanpa kalsinasi



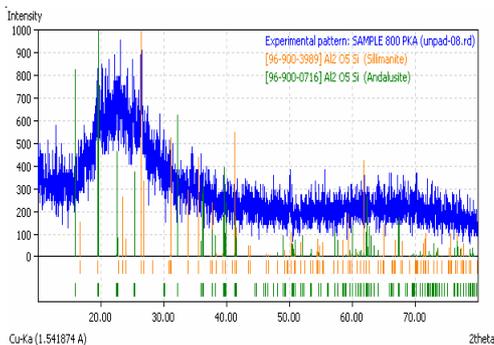
Gambar 3. Identifikasi fasa kaolinite dari sampel kaolin kalsinasi 400 °C

fasa profil difraksi sinar-X pada sampel kaolin yang dikalsinasi pada suhu 800 °C.

Berdasarkan Gambar 4 dan Gambar 5 dapat diasumsikan bahwa sampel kaolin yang dikalsinasi



Gambar 4. Identifikasi fasa kaolinite dari sampel kaolin kalsinasi 600 °C



Gambar 5. Identifikasi fasa kaolinite dari sampel kaolin kalsinasi 800 °C

Tabel 3. Derajat kristalinitas sampel kaolin sebelum dan sesudah kalsinasi

Perlakuan sampel	Derajat kristalinitas (%)
Kaolin tanpa kalsinasi	75,64
Kaolin kalsinasi 400 °C	76,59
Kaolin kalsinasi 600 °C	45,57
Kaolin kalsinasi 800 °C	38,68

pada suhu 600 °C dan 800 °C telah mengalami perubahan fasa dari fasa kaolinite menjadi dua fasa yaitu fasa sillimanite dan fasa andalusite. Identifikasi fasa sillimanite-Al₂O₅Si dan fasa andalusite-Al₂O₅Si diperoleh dari hasil penelitian sebelumnya yaitu ICDD 96-900-3989 dan ICDD 96-900-0716) [13,14].

Gambar 4 dan Gambar 5 juga menunjukkan bahwa pola difraksi sinar-X dari sampel hasil kalsinasi 600 °C hingga 800 °C diduga mengalami kehilangan uap air, sehingga mengalami transformasi fasa dan juga sebagian telah terjadi dekomposisi fasa, akibatnya kisi-kisi kristal mengalami deformasi yang pada akhirnya sebagian kristalinitasnya hilang berubah menjadi amorf. Untuk itu dengan terjadinya penurunan intensitas diduga sampel mengalami perubahan derajat kristalinitas.

Hasil penentuan derajat kristalinitas diperlihatkan pada Tabel 3, yang dihitung berdasarkan Persamaan (3) [15]:

$$W_{c,x} = \frac{I_c}{I_c + K_x I_a} \dots \dots \dots (3)$$

Dimana:

- I_c = Luasan intensitas fasa kristalin
- I_a = Luasan intensitas fasa amorf
- K_x = Konstanta (0,95)

Analisis Densitas

Tabel 4 menampilkan hasil pengukuran densitas dari kaolin, sebelum dan setelah dilakukan kalsinasi. Hasil pengukuran berat jenis sampel kaolin ini dapat digunakan untuk menunjukkan hubungan keterikatan antara kemampuan adsorpsi dengan berat jenis. Semakin besar nilai berat jenis suatu molekul maka kemampuan adsorpsi molekul tersebut akan semakin meningkat. Secara umum, terlihat bahwa berat jenis kaolin mengalami penurunan akibat adanya kalsinasi.

Tabel 4. Berat Jenis dari sampel kaolin

Perlakuan sampel	Berat Jenis Kaolin (g/mL)
Kaolin tanpa kalsinasi	2,6199
Kaolin kalsinasi 400 °C	2,6275
Kaolin kalsinasi 600 °C	2,6097
Kaolin kalsinasi 800 °C	2,6001

Tabel 5. Nilai porositas optimum sampel kaolin

Perlakuan sampel	Porositas optimum
Kaolin tanpa kalsinasi	0,61
Kaolin kalsinasi 400 °C	0,75
Kaolin kalsinasi 600 °C	0,42
Kaolin kalsinasi 800 °C	0,36

Analisis Porositas

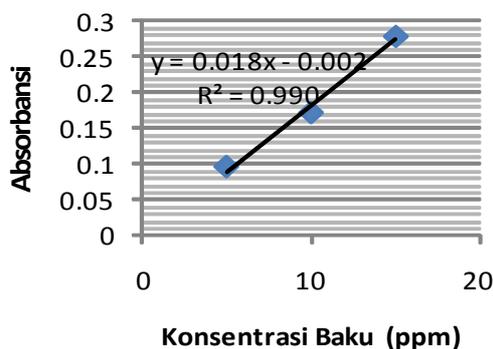
Hasil pengukuran nilai porositas menggunakan porosimeter (*fisher-sub-sieve*). Nilai optimum sampel kaolin yang diuji untuk menunjukkan hubungan keterikatan antara kemampuan adsorpsi dengan porositas. Semakin besar nilai porositas suatu molekul maka kemampuan adsorpsi molekul tersebut akan semakin meningkat. Nilai porositas optimum seluruh sampel kaolin yang di uji diperlihatkan pada Tabel 5.

Analisis Kemampuan Adsorpsi

Dengan menggunakan Persamaan (1) dan Persamaan (2) diperoleh kurva larutan baku yang ditunjukkan pada Gambar 6. Dari Gambar 6 diperoleh Persamaan regresi sebesar $Y = 0,018 X - 0,002$, kemudian dilakukan penentuan kadar timbal sisa dalam larutan uji. Hasil pengukuran kadar timbal dalam larutan uji dan kadar logam Pb seperti diperlihatkan pada Tabel 6.

Hasil pengukuran kadar timbal akhir (45,285 ppm) dalam larutan uji digunakan untuk menentukan persentase adsorpsi dari kaolin yang berperan sebagai adsorben. Kadar timbal akhir dalam larutan uji dan persentase adsorpsi adsorben tercantum pada Tabel 7.

Berdasarkan Tabel 7, dapat dihitung persentase perubahan kemampuan adsorpsi dari kaolin yang telah dikalsinasi dengan variasi suhu 400 °C, 600 °C, dan 800 °C dibandingkan dengan kaolin tanpa kalsinasi. Dari



Gambar 6. Kurva baku larutan Pb

Tabel 6. Kadar tembaga awal dalam limbah cair

	Penukuran ke-	Kadar Logam Pb (ppm)	Logam Pb rata-rata (ppm)
Larutan Stok	1	4.4562	4.5284
Timbal Awal	2	4.6005	

Tabel 7. Kadar timbal akhir dalam larutan uji dan persentase adsorpsi adsorben

Sampel	Pengukuran Ke-	Kadar logam Pb (ppm)	Persentase Adsorpsi Timbal (%)
Kaolin Tanpa Kalsinasi	1	0.2936	99.3516
	2	0.2877	99.3647
	3	0.2948	99.3490
Kaolin Hasil Kalsinasi 400°C	1	0.1149	99.7463
	2	0.1246	99.7248
	3	0.1239	99.7264
Kaolin Hasil Kalsinasi 600°C	1	3.5519	92.1563
	2	3.5493	92.1620
	3	3.5537	92.1523
Kaolin Hasil Kalsinasi 800°C	1	9.6802	78.6231
	2	9.6735	78.5723
	3	9.6967	78.5867

Tabel 7 memperlihatkan penurunan pada kaolin dengan kalsinasi 600 °C dan 800 °C, sedangkan kaolin dengan kalsinasi 400 °C mengalami kenaikan.

Tingkat kemampuan adsorpsi suatu bahan dapat dipengaruhi oleh karakteristik Adsorben. Pada percobaan ini, kaolin memiliki karakteristik sebagai bahan adsorben. Hal ini berdasarkan hasil analisis fasa yang menunjukkan bahwa sampel kaolin yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, masih memiliki fasa *kaolinite*, sedangkan sampel kaolin yang dikalsinasi pada suhu 600 °C dan 800 °C telah mengalami transformasi fasa menjadi fasa *sillimanite* dan *andalusite*.

Kalsinasi yang dilakukan terhadap kaolin, mempengaruhi meningkatnya derajat kristalinitas sampel, karena dengan hilangnya uap air, proses difusi kristal semakin sempurna sehingga ikatan antar molekul semakin kuat. Kemudian dengan meningkatnya derajat kristalinitas pada sampel ini dapat meningkatkan kerapatan atau densitas bahan tersebut, sehingga mengakibatkan densitas serbuk juga akan meningkat.

Faktor kalsinasi ini juga dapat mengakibatkan pori-pori adsorben menjadi semakin lebih terbuka. Akan tetapi pemanasan yang terlalu tinggi dapat menyebabkan rusaknya struktur adsorben sehingga menyebabkan kemampuan penyerapannya menjadi semakin menurun. Jadi sampel kaolin yang dikalsinasi pada suhu 400 °C merupakan sampel adsorben yang memiliki kemampuan adsorpsi jauh lebih tinggi sekitar 99,7 %.

KESIMPULAN

Telah berhasil dilakukan peningkatan kemampuan adsorpsi pada bahan kaolin dengan melakukan kalsinasi pada suhu 400 °C dengan sifat karakteristik fasa *kaolinite* dengan derajat kristalinitas sebesar 76,59 %, memiliki densitas sebesar 2,6275 g/mL dan porositas sebesar 75 % dengan kemampuan adsorpsi terhadap logam timbal sebesar 99,7325 %. Kemampuan adsorpsi kaolin yang dikalsinasi pada suhu 400 °C jauh lebih baik dibandingkan dengan bahan kaolin tanpa kalsinasi, sehingga diharapkan dapat lebih efektif digunakan untuk obat diare

DAFTAR ACUAN

- [1]. ANSEL, H.C, *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi*, Jakarta, Universitas Indonesia Press, (2005)
- [2]. ATKIN, P.W., *Physical Chemistry*, 4th Edition, Oxford University Press, Oxford, (1990)
- [3]. CASSARET, L.S. and J. DOULL., *Toxicology, The Basic Science of Poison*, Macmillan Publ. Co. Inc., New York, (1975) 468-470, 477-481
- [4]. ANDI, *Jurnal Oceana*, (2007) 1-7
- [5]. RAHARDJA, K., TAN HOAN TJAY., *Obat-Obat Penting*. Penerbit Elex Media Komputindo, Jakarta, (2002)
- [6]. WANG, L.W., WU, J.Y., WANG, R.Z., XU, Y.X., WANG, S.G., LI, X.R., *Applied Thermal Engineering*, **23** (2003) 1605-1617
- [7]. ENDANG, TRI WAHYUNI, *Jurnal Laboratorium Kimia Analitik*, FMIPA-UGM. Yogyakarta, (1993) 37-44
- [8]. LINARES, C. F., QUINTERO, J., MARTINEZ, L., GONZALEZ, G., *Mater. Lett.*, **61** (2007) 2362-2364
- [9]. PRAWIRA, *Research Journal of Chemistry and Environment*, (2008) 71-78
- [10]. MAC KENZIE, R., *The Differential Thermal Investigation of Clays*, Mineralogy Society London, (1957) 141-148
- [11]. SETIAJI, A. H. B., *The Preparation and Characterization of Cracking Catalysis*, Thesis University of Salford, (1985) 41-42
- [12]. BISH D. L., VON DREELE R. B., *Clays and Clay Minerals*, **37** (1989) 289-296
- [13]. BURT J. B., ROSS N. L., ANGEL R. J., KOCH M., *American Mineralogist.*, **91** (2006) 319-326
- [14]. WINTER J. K., GHOSE S., *American Mineralogist.*, **64** (1979) 573-586
- [15]. SONG, J., REN, M., CHEN, Q., WANG, S., ZHAO, Q., ZHANG, H., MO, Z., *Chinese Journal of Polymer Science*, **22** (2004) 491-496