

**PENGARUH FASA GERAK
TERHADAP POLA PEMISAHAN Fe^{3+} DAN Mn^{2+} SECARA
KROMATOGRAFI PENUKAR KATION MENGGUNAKAN
FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIFASI**

SKRIPSI

oleh :
ULFA NURMALASARI
0410920058 -92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

**PENGARUH FASA GERAK
TERHADAP POLA PEMISAHAN Fe^{3+} DAN Mn^{2+} SECARA
KROMATOGRAFI PENUKAR KATION MENGGUNAKAN
FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIFASI**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh :

ULFA NURMALASARI

0410920058 -92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH FASA GERAK
TERHADAP POLA PEMISAHAN Fe^{3+} DAN Mn^{2+} SECARA
KROMATOGRAFI PENUKAR KATION MENGGUNAKAN
FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIFASI**

oleh

ULFA NURMALASARI
0410920058 -92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Ulfa Andayani, S.Si, M.Si
NIP. 132 125 720

Qonitah F., S.Si, M.Si
NIP. 132 304 117

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

M. Farid Rahman, S.Si., M.Si.
NIP. 132 158 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ulfa Nurmalasari

NIM : 0410920058-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Pengaruh Fasa Gerak Terhadap Pola Pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+}
Secara Kromatografi Penukar Kation Menggunakan Fasa Diam
Zeolit Teraktifasi

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran,

Malang, Juni 2008
Yang menyatakan.

(Ulfa Nurmalasari)
NIM. 0410920058-92

**PENGARUH FASA GERAK
TERHADAP POLA PEMISAHAN Fe^{3+} DAN Mn^{2+} SECARA
KROMATOGRAFI PENUKAR KATION MENGGUNAKAN
FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIFASI**

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} secara kromatografi kolom penukar kation menggunakan zeolit teraktifasi sebagai fasa diam. Zeolit yang digunakan merupakan zeolit alam Turen, Malang yang diaktifasi menggunakan asam HCl 0,5 M. Sampel dikomplekkan dengan HCl 9 M sehingga terbentuk kompleks FeCl_4^- dan MnCl^+ . Komplek FeCl_4^- tidak dapat mengalami pertukaran kation dengan zeolit sehingga keluar kolom bersama fasa gerak, sedangkan kompleks MnCl^+ dapat mengalami pertukaran kation sehingga tertahan dalam kolom. Kandungan Fe dan Mn dalam eluat diukur secara Spektrofotometri Sinar Tampak. Komposisi fasa gerak yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl 0,1 M, HCl 0,5 M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6). Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi HCl dan penambahan metanol pada variasi komposisi fasa gerak menghasilkan pola pemisahan FeCl_4^- dan MnCl^+ yang hampir sama. Peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom meningkat sedangkan jumlah MnCl^+ yang dapat terelusi menurun. Penambahan metanol pada HCl 0,1 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- dan MnCl^+ yang keluar kolom menurun, sedangkan penambahan metanol pada HCl 0,5 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom meningkat.

THE EFFECT OF MOBILE PHASE COMPOSITION TO THE SEPARATION PATTERN OF Fe AND Mn BY CATION EXCHANGE CROMATOGRAPHY USE ACTIVATED ZEOLITE

ABSTRACT

The effect of mobile phase to separation pattern of Fe^{3+} and Mn^{2+} by cation exchange chromatography using acidic activated zeolite as stationary phase had been conducted. Sample was previously complexed in 9M HCl to form FeCl_4^- and MnCl^+ complex. Ion exchange between the H^+ on zeolite and complex of FeCl_4^- doesn't occur then FeCl_4^- flow down through the column with mobile phase, but ion exchange between the H^+ on zeolite and complex of MnCl^+ occur then MnCl^+ was retained in column. By using spectrophotometric method, the amount of Fe and Mn in eluate can be calculated. The mobile phase composition was 0.1M HCl, 0.5M HCl, 0.1M HCl -methanol (6:4) and (4:6), and 0.5M HCl -methanol (6:4) and (4:6). The result showed that the increasing the HCl concentration and the addition of methanol to the mobile phase has no significant differencies on the separation pattern of Fe^{3+} and Mn^{2+} . The amount of FeCl_4^- that flow down through the column increased by increasing the HCl concentration. The concentration of FeCl_4^- and MnCl^+ eluates decreased with the addition of methanol to 0.1M HCl but it increased with the addition of methanol to 0.5M HCl.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, hidayah dan ridho serta petunjuk-Nya sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW beserta seluruh umatnya.

Skripsi yang berjudul Pengaruh Fasa Gerak Terhadap Pola Pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} secara Kromatografi Penukar Kation Menggunakan Fasa Diam Zeolit Teraktifasi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains dalam bidang kimia fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Ulfa Andayani, S.Si., M.Si. dan Qonitah Fardiyah S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini
2. Ir. Uswatun Hasanah, M.Si selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
3. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia
4. M. Farid Rahman, S.Si, MSi; Dr. Diah Mardiana, MS; Drs. M. Misbah Khunur, MSi dan Dra. Anna R, M. App.Sc selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini.
5. Bapak dan Ibu tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama kuliah
6. Teman-temanku Kimia 2004, terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran diharapkan dari pembaca. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi pemerhati Kimia dan pembaca sekalian, khususnya penulis.

Malang, Juni 2008

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Besi (III) dan Mangan (II)	4
2.2 Zeolit	4
2.3 Kromatografi Penukar Ion	7
2.4 Fasa Gerak.....	8
2.5 Penentuan Fe(III) secara Spektrofotometri.....	9
2.6 Penentuan Mn(II) secara Spektrofotometri	9
2.7 Hipotesis	9
BAB III METODOLOGI	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	11
3.2.1 Bahan Penelitian	11
3.2.2 Alat Penelitian	11
3.3 Tahap Penelitian	11
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Preparasi Zeolit	12
3.4.2 Aktifasi Zeolit dengan HCl 0,5 M	12

3.4.3	Pembuatan larutan sampel	
3.4.3.1	Larutan sampel MnCl^+	12
3.4.3.2	Larutan sampel FeCl_4^-	12
3.4.3	Penentuan Kapasitas Tukar Kation zeolit.....	12
3.4.4	Mempelajari pengaruh fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe dan Mn sebagai kompleks kloridanya	13
3.5	Analisis Data	
3.5.1	Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi	13
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Preparasi Zeolit	14
4.2	Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit.....	15
4.3	Pembentukan kompleks Fe(III) dan Mn(II)	16
4.4	Pengaruh konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Fe(III) sebagai FeCl_4^- dan Mn(II) sebagai MnCl^+	18
4.5	Pengaruh metanol terhadap pola pemisahan Fe(III) sebagai FeCl_4^- dan Mn(II) sebagai MnCl^+	20
BAB V KESIMPULAN		
5.1	Kesimpulan	25
5.2	Saran	25
DAFTAR PUSTAKA		26
LAMPIRAN.....		28

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Kerangka Zeolit 5
Gambar 2.2	Zeolit Alam Turen 5
Gambar 2.3	Proses Aktifasi dengan asam 6
Gambar 4.1	Mekanisme pertukaran kation dalam zeolit..... 17
Gambar 4.2	Dealuminasi zeolit..... 17
Gambar 4.3	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen akuades 19
Gambar 4.4	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,1 M 19
Gambar 4.5	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,5 M 20
Gambar 4.6	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,1 M 21
Gambar 4.7	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,1M-metanol (6:4) 21
Gambar 4.8	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,1 M-metanol (4:6) 21
Gambar 4.9	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,5 M 24
Gambar 4.10	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,5M-metanol (6:4)..... 24
Gambar 4.11	Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan eluen HCl 0,5 M-metanol (4:6) 24
Gambar L.3.2	Kurva serapan Fe^{3+} 34
Gambar L.3.5	Kurva Baku Fe^{3+} 36
Gambar L.3.7	Kurva serapan Mn^{2+} 37
Gambar L.3.10	Kurva Baku Mn^{2+} 38

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Komponen dalam Zeolit Turen 5
Tabel 4.1	Nilai KTK Mn^{2+} dan Fe^{3+} 16
Tabel L.3.1	Volume titrasi NaOH..... 33
Tabel L.4.1	Data serapan Fe^{3+} pada berbagai panjang gelombang..... 34
Tabel L.4.3	Data Penentuan Kurva Baku Fe^{3+} 35
Tabel L.4.4	Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku Fe^{3+} 35
Tabel L.4.6	Data serapan Mn^{2+} pada berbagai panjang gelombang 36
Tabel L.4.8	Data Penentuan Kurva Baku Mn^{2+} 37
Tabel L.4.9	Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku Mn^{2+} 38
Tabel L.6.1	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak akuades..... 49
Tabel L.6.2	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1 M 50
Tabel L.6.3	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5 M 51
Tabel L.6.4	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1 M-metanol (4:6) 52
Tabel L.6.5	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1 M-metanol (6:4)..... 53
Tabel L.6.6	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5 M-metanol (4:6) 54
Tabel L.6.7	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5 M-metanol (6:4) 55
Tabel L.7.1	Data Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit Terhadap Fe^{3+} dan Mn^{2+} 57
Tabel L.7.2	Data perubahan pH filtrat pada proses pertukaran kation menggunakan zeolit tanpa aktifasi dan zeolit teraktifasi 58
Tabel L.7.3	Volume titrasi NaOH untuk filtrat pertukaran kation menggunakan zeolit tanpa aktifasi dan zeolit teraktifasi 58

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Preparasi Larutan 28
Lampiran 2	Perhitungan Preparasi Larutan 30
Lampiran 3	Standarisasi Larutan NaOH 33
Lampiran 4	Penentuan Kurva Baku Fe^{3+} dan Mn^{2+} 34
Lampiran 5	Diagram Alir Penelitian 39
Lampiran 6	Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada variasi fasa gerak 49
Lampiran 7	Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit Terhadap Fe^{3+} dan Mn^{2+} 57



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Besi dan mangan merupakan unsur transisi yang banyak digunakan dalam industri metalurgi dan kimia. Kelimpahan besi di alam berada pada urutan ke empat setelah oksigen, silikon dan aluminium. Mangan banyak ditemukan sebagai unsur bebas di alam, dan keberadaannya biasanya bercampur dengan besi. Keberadaan besi dan mangan yang melimpah serta manfaatnya yang cukup besar sebagai bahan industri maka diperlukan suatu metode untuk mendapatkannya. Salah satu metode penanganan yang biasa digunakan adalah metode kromatografi penukar ion yang di dalamnya berisi resin granular (butiran-butiran kecil) sebagai penukar ion.

Kromatografi penukar ion merupakan salah satu metode pemisahan yang ditujukan untuk spesies-spesies ionik. Pemisahan campuran dilakukan dalam bentuk ionnya, sedangkan konsentrasi campuran ditentukan menggunakan detektor yang sesuai. Metode ini sering digunakan dalam pemisahan karena selektifitas dan *reabilitasnya* (Shpigun dan Yu, 1988).

Pada penelitian ini digunakan zeolit alam sebagai pengganti resin penukar kation. Hal ini didasarkan bahwa zeolit mempunyai kerangka yang bersitus negatif, sehingga dapat mengikat suatu kation untuk menetralkan muatan, dan kation tersebut dapat dipertukarkan dengan kation lain. Menurut Dorfner (1991), zeolit sebagai penukar ion mempunyai kelebihan dibandingkan dengan resin penukar organik, yaitu zeolit tetap stabil dengan kenaikan suhu, tidak terpengaruh oleh radiasi ionik, dan lebih selektif pada pemisahan.

Pemisahan Ni^{2+} dan Co^{2+} secara kromatografi kation menggunakan fasa diam zeolit alam yang hanya diaktifasi secara pemanasan telah dilakukan oleh Rosanti (2003). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pemisahan Ni^{2+} dan Co^{2+} menggunakan fasa gerak HCl 0,05 M menghasilkan resolusi optimum 0,148. Namun, permasalahan yang muncul adalah resolusi pemisahan yang dihasilkan kecil, akibat dari nilai kapasitas tukar kation (KTK) dari zeolit yang cenderung rendah. Keadaan yang seperti ini dapat diatasi dengan mengaktifkan situs-situs aktif pada permukaan zeolit dengan

cara proses aktivasi secara kimia yaitu dengan menambahkan larutan asam (Riani, 1999).

Pada penelitian ini, memanfaatkan zeolit sebagai fasa diam dalam mempelajari variasi komposisi fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} secara kromatografi penukar kation. Pola pemisahan dihasilkan dengan cara menentukan waktu retensi masing-masing logam pada variasi komposisi fasa gerak kemudian mengplotkan dalam kromatogram. Fasa gerak yang digunakan adalah HCl dengan penambahan metanol. Digunakannya HCl sebagai fasa gerak karena HCl menyumbangkan ion H^+ yang dapat mengelusi kation logam transisi keluar kolom. Penambahan zat organik dapat meningkatkan kestabilan suatu kation untuk membentuk kompleks dengan ligan. Ligan pada kompleks akan berpasangan lebih kuat dalam sistem pelarut organik dibandingkan dalam air (Vogel, 1994).

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini dilakukan penelitian tentang pengaruh komposisi fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} secara kromatografi kolom penukar kation menggunakan zeolit teraktivasi HCl 0,5M sebagai fasa diam. Komposisi fasa gerak yang menghasilkan pola pemisahan yang baik digunakan sebagai acuan untuk pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} .

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

- Bagaimana pengaruh peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Fe^{3+} (sebagai FeCl_4^-) dan Mn^{2+} (sebagai MnCl^+)
- Bagaimana pengaruh penambahan metanol pada fasa gerak HCl 0,1 M dan 0,5 M terhadap pola pemisahan Fe^{3+} (sebagai FeCl_4^-) dan Mn^{2+} (sebagai MnCl^+)
- Bagaimana komposisi fasa gerak yang menghasilkan pola pemisahan terbaik

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Zeolit alam yang digunakan berasal dari Turen, Kabupaten Malang
2. Ukuran zeolit 60-80 mesh
3. Komposisi fasa gerak yang dipelajari adalah HCl 0,1M, HCl 0,5M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6)
4. Diameter kolom 1,2 cm dan panjang fasa diam 11 cm dengan laju alir 1 ml/menit
5. Elusi dilakukan secara terpisah untuk masing-masing logam pada variasi komposisi fasa gerak

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan :

- Mengetahui pengaruh peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Fe^{3+} (sebagai FeCl_4^-) dan Mn^{2+} (sebagai MnCl^+)
- Mengetahui pengaruh penambahan metanol pada fasa gerak HCl 0,1 M dan 0,5 M terhadap pola pemisahan Fe^{3+} (sebagai FeCl_4^-) dan Mn^{2+} (sebagai MnCl^+)
- Mengetahui komposisi fasa gerak yang menghasilkan pola pemisahan terbaik

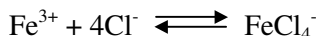
1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini, diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan zeolit sebagai penukar kation dengan pengaruh komposisi fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} (sebagai FeCl_4^-) dan Mn^{2+} (sebagai MnCl^+) secara kromatografi penukar kation. Sehingga dapat digunakan sebagai acuan untuk pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} .

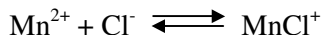
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Besi (III) dan Mangan (II)

Besi merupakan salah satu unsur golongan transisi, termasuk golongan VIIB pada periode IV dengan nomor atom 26 dan berat molekul 55,84 g/mol. Konfigurasi elektron Fe(III) adalah (Ar) 3d⁵. Besi(III) banyak terdapat dalam garam berkrystal. Fe(III) membentuk kompleks FeCl₄⁻ dengan penambahan HCl 9 M dengan reaksi (Cotton dan Wilkinson, 1989) :

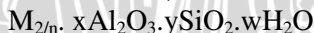


Mangan termasuk unsur golongan transisi, golongan VIIB, periode IV dengan nomor atom 25 dan berat molekul 54,94 g/mol. Konfigurasi elektron Mn(II) adalah (Ar) 3d⁵. Garam Mn(II) kebanyakan larut dalam air. Tetapan kesetimbangan pembentukan kompleks Mn(II) sebagai kompleks klorida sebesar 4 dengan reaksi (Cotton dan Wilkinson, 1989) :



2.2 Zeolit

Zeolit merupakan kristal alumina silikat dengan struktur tiga dimensi, mempunyai rongga-rongga yang di dalamnya berisi ion logam berupa alkali atau alkali tanah serta molekul air yang dapat bergerak bebas terhidrasi secara reversibel serta susunan atom dapat dimodifikasi (Prayitno, 1989). Kation yang mungkin terikat pada sisi aktif zeolit antara lain Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Mn²⁺ dan Fe²⁺ (Sutarti dan Minta, 1991). Zeolit aluminasilikat dapat dirumuskan secara empiris sebagai (Othmer dan Kirk, 1982) :

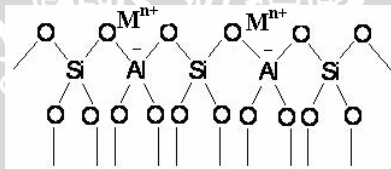


Dimana n adalah valensi dari kation M, w adalah jumlah molekul air per unit sel, x dan y adalah jumlah total dari tetrahedral per unit sel. Zeolit alam Turen mempunyai komposisi jenis modernite (Na₈(AlO₂)₈(SiO₂)₄₀·24H₂O) dengan komponen yang terkandung di dalamnya (hasil analisa yang dilakukan Sucofindo pada bulan Maret 2002):

Tabel 2.1 Komponen yang terkandung di dalam Zeolit Alam Turen

Parameter	Hasil (%)
LOI	12,01
SiO ₂	72,35
Al ₂ O ₃	6,65
Fe ₂ O ₃	1,78
CaO	4,72
MgO	0,16
Cr ₂ O ₃	0,001
Na ₂ O	0,87
K ₂ O	0,66
TiO ₂	0,43

Menurut Suyartono, 1992, zeolit alam jenis modernite tersebut mempunyai komposisi kimia terbesar adalah silika (SiO₂) 64,63%, alumina (Al₂O₃) 13,66%, CaO 3,41%, Na₂O 2,09%, K₂O 2,05%, lain-lain 11,56%. Struktur kerangka zeolit digambarkan sebagai berikut (Smart dan Elaine, 1992) :



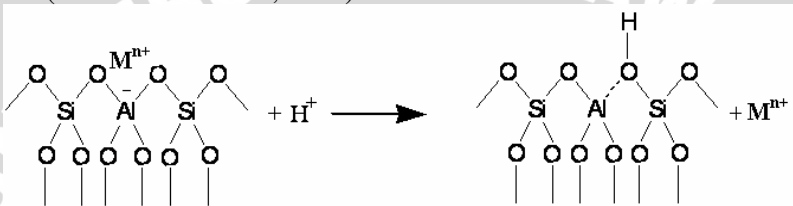
Gambar 2.1 Struktur Kerangka Zeolit



Gambar 2.2 Zeolit alam Turen

Proses aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan dua cara yaitu secara fisik yang berupa pemanasan zeolit alam dan aktivasi

secara kimia yaitu dengan menggunakan larutan asam atau basa (Suyartono, 1992). Aktifasi dengan larutan asam dimaksudkan untuk mengganti dengan semua kation-kation yang ada pada zeolit dengan ion H^+ . Ion H^+ tersebut dapat mengaktifasi permukaan zeolit sehingga tipe zeolit berubah menjadi H-zeolit. Dengan terbentuknya zeolit yang teraktifasi ini akan mempercepat pembentukan situs asam Bronsted yang mudah melepaskan proton dibandingkan dengan zeolit tanpa aktifasi. Peristiwa pergantian ion logam yang ada dalam zeolit dengan ion hidrogen akibat dari aktifasi zeolit dengan HCl yaitu (Edward dan Lovat, 1987):

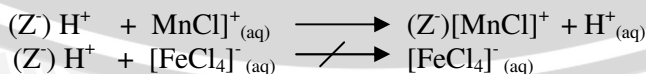


Gambar 2.3 Proses aktivasi dengan asam

Kapasitas pertukaran ion total dari zeolit adalah ukuran kuantitas dari kemampuan zeolit untuk mengikat ion-ion yang dapat dipertukarkan yang tergantung pada jumlah gugus-gugus aktif ion per satuan bobot zeolit. Kapasitas total pertukaran ion biasanya dinyatakan sebagai miliekivalen per gram zeolit kering. Bilangan ini berguna untuk memperkirakan berapa jumlah zeolit yang diperlukan. Bila kapasitas zeolit kecil, maka diperlukan zeolit dengan jumlah yang berlebih untuk mengadakan pertukaran dengan ion-ion dari larutan eksternal (Smart dan Elaine, 1992).

Proses pertukaran ion adalah proses dimana ion yang terikat secara elektrostatik pada gugus fungsi dipermukaan padatan dipertukarkan dengan ion yang bermuatan sama dari larutan yang dilewatkan pada zat padat tersebut (Weber, 1972).

Reaksi yang terjadi pada proses pertukaran ion antara ion cuplikan dan counter ion pada permukaan zeolit sebagai fasa diam dapat dituliskan sebagai berikut dengan Z sebagai zeolit :
Mekanisme pertukaran kation pada pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} sebagai kompleks kloridanya adalah sebagai berikut :



Sebagai penukar ion, ion-ion berongga dalam struktur zeolit berguna menjaga kenetralan. Zeolit akan menyerap dan menahan secara kuat molekul yang tepat cukup masuk ke rongga, zeolit tidak akan menyerap molekul yang terlalu besar untuk masuk ke dalam rongga dan tidak menyerap molekul yang sangat kecil atau atom-atom yang dapat masuk tapi mudah terlepas kembali.

2.3 Kromatografi Penukar Ion

Kromatografi menurut IUPAC merupakan metode yang digunakan untuk memisahkan komponen cuplikan, dimana komponen tersebut didistribusikan di antara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fasa diam adalah fasa yang tetap tinggal di dalam sistem, dapat berupa padatan atau cairan yang dilapiskan pada permukaan padatan atau gel. Fasa gerak adalah fasa yang bergerak melewati fasa diam di dalam sistem dan disebut eluen apabila fasa gerak tersebut membawa komponen. Larutan yang keluar dari kolom disebut efluen, apabila larutan tersebut mengandung komponen cuplikan dinamakan eluat (Khopkar, 1990).

Kromatografi pertukaran kation merupakan salah satu metoda pemisahan yang ditujukan untuk spesies-spesies ionik (logam). Pertukaran ion secara umum diartikan sebagai pertukaran dari ion-ion yang mempunyai muatan (listrik) yang sama antara ion dalam suatu larutan dengan ion-ion yang terdapat pada suatu bahan padatan (fasa diam). Fasa diam dalam kromatografi pertukaran kation berupa padatan yang mengandung gugus sulfonat dengan *counter ion* yang dapat dipertukarkan secara timbal balik dengan kation yang dibawa oleh fasa gerak. Dalam kromatografi penukar kation sering digunakan eluen pengompleks untuk memudahkan pengelusan ion logam terutama pada penukar kation asam kuat. Mekanisme pertukaran kation dapat digambarkan sebagai berikut dengan Res sebagai resin penukar kation:



Terjadi pertukaran kation antara kation (ion logam) dengan kation (counter ion) dari resin sehingga resin mengikat kation (ion logam) dan pada saat dilusi dengan eluen pengompleks maka akan terbentuk kompleks anion sehingga dapat terlepas dari resin sebagai

eluat dan digantikan dengan kation lain. Bila pertukaran kation melibatkan dua ion logam maka kestabilan kompleks yang terbentuk antara logam dengan eluen pengompleks menentukan logam mana yang akan terelusi terlebih dulu (Haddad, 1994).

2.4 Fasa Gerak

Karakteristik fasa gerak dalam kromatografi penukar ion seperti yang diperlukan oleh jenis kromatografi lain. Fasa gerak yang digunakan harus dapat melarutkan cuplikan, mempunyai kekuatan pelarut yang memberikan waktu retensi yang cocok, dan dapat berinteraksi dengan solut sehingga memberikan harga selektifitas yang tepat. Kekuatan dan selektifitas ditentukan oleh jenis dan konsentrasi bahan-bahan tambahan. Fasa gerak dalam kromatografi penukar ion adalah larutan dalam air yang dapat mengandung sedikit metanol atau pelarut organik lain yang bercampur dengan air. Pelarut ini juga mengandung senyawa-senyawa ionik dalam bentuk buffer. Umumnya ion-ion dari fasa gerak bersaing dengan ion analit untuk memperebutkan tempat packing penukar ion (Hendayana, 2006).

Pengomplekkan digunakan untuk meningkatkan selektifitas dan mengurangi waktu retensi. Maka, senyawa yang dapat membentuk kompleks yang mempunyai perbedaan stabilitas dengan analit ditambahkan pada fasa gerak. Selektifitas pemisahan dapat ditingkatkan dengan mengubah konsentrasi larutan pengomplek. Pengomplekkan ini biasanya dilakukan pada penentuan kation logam alkali tanah dan logam transisi. Sedangkan untuk mencegah pelebaran puncak kromatogram, bahan tambahan organik harus ada dalam fasa gerak. Pada penentuan kation yang kuat tertahan, metanol, acetonitril, atau 2-propanol biasanya ditambahkan dalam fasa gerak (Shpigun dan Yu, 1988). Pelarut-pelarut organik yang umum digunakan adalah senyawa okso dari tipe alkohol, keton dan karboksilat. Penambahan pelarut organik dapat meningkatkan kestabilan suatu kation untuk membentuk kompleks dengan ligan. Ligan pada kompleks akan berpasangan lebih kuat dalam sistem pelarut organik dibandingkan dalam air (Vogel, 1994). Konstanta kestabilan kompleks antara logam dengan ligan akan semakin meningkat dengan penambahan metanol pada fasa gerak (Field dan McBryde, 1981).

2.5 Penentuan Fe(III) Secara Spektrofotometri

Penentuan Fe(III) dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Penentuan Fe(III) akan bereaksi dengan tiosianat untuk menghasilkan sederet senyawa berwarna merah tua. Pada konsentrasi tiosianat yang rendah spesi berwarna yang berlimpah adalah $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$, pada konsentrasi tiosianat 0,1 M sebagian besar adalah $[\text{Fe}(\text{SCN})_2]^+$ dan pada konsentrasi tiosianat yang sangat tinggi adalah $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dalam penerapan kolorimetri haruslah digunakan tiosianat yang berlebih untuk meningkatkan intensitas dan kemantapan warna. Asam-asam kuat misalnya asam klorida atau asam nitrat konsentrasi 0,05-0,5 M, harus ada untuk menekan hidrolisis dan absorbansi diukur pada panjang gelombang 480 nm (Basset et.al., 1994).



2.6 Penentuan Mn(II) Secara Spektrofotometri

Penentuan Mn(II) dalam jumlah kecil biasanya ditetapkan secara kolorimetri dengan dioksidasi menjadi asam permanganat. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah ammonium persulfat dalam medium asam fosfat-asam nitrat dengan hadirnya sedikit perak nitrat sebagai katalis atau kalium periodat. Dalam larutan asam yang panas, periodat mengoksidasi ion mangan secara kuantitatif menjadi asam permanganat. Absorbansi diukur pada panjang gelombang 540 nm (Basset et.al., 1994).



2.7 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan teoritis di atas, dapat disusun hipotesis bahwa :

1. Peningkatan konsentrasi HCl dapat menghasilkan pola pemisahan yang semakin baik.
2. Penambahan metanol dapat menjaga kestabilan kompleks sehingga dihasilkan pola pemisahan yang baik.

3. Pola pemisahan yang terbaik dihasilkan pada penggunaan fasa gerak HCl 0,5 M-metanol (4:6)

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang, dimulai bulan Desember 2007-Maret 2008.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam yang berasal dari Turen, Kabupaten Malang, sedangkan bahan-bahan kimia semuanya berderajat *pro analisis* di antaranya : mangan sulfat hidrat, ammonium ferri sulfat, asam klorida 37 % (b/v), metanol 99,9 %, asam nitrat 65 % (b/v), ammonium persulfat, asam fosfat, kalium periodat, kalium tiosianat, natrium hidroksida, asam oksalat, indikator fenolftalein (pp) dan glasswool kecuali kertas lakmus dan akuades.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : kolom yang terbuat dari gelas dengan diameter 1,2 cm dan panjang kolom 25 cm, statif, corong pisah, neraca analitik merk Mettler AE 50, ayakan ukuran 60 dan 80 mesh, pH-meter (Inolab), pengocok elektrik (Edmund Buhler SM 25), penangas air, Spektrofotometer analog (Photomech 301-A), serta peralatan gelas laboratorium.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahap kerja dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi zeolit
2. Aktifasi zeolit dengan HCl 0,5M
3. Pembuatan larutan sampel
4. Penentuan Kapasitas Tukar Kation zeolit
5. Mempelajari pengaruh fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} sebagai kompleks kloridanya
6. Analisis data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi zeolit

Bongkahan zeolit yang didapat dari Turen, Malang dihaluskan dengan menggunakan mortar. Kemudian serbuk zeolit dihomogenkan ukurannya menggunakan ayakan ukuran 60 dan 80 mesh. Selanjutnya, zeolit hasil ayakan tersebut dicuci dengan akuades dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C sampai beratnya konstan.

3.4.2 Aktifasi zeolit dengan HCl 0,5 M

Ditimbang 5 gram zeolit ukuran 60-80 mesh dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml. Selanjutnya, ditambah dengan HCl 0,5 M sebanyak 100 ml dan dikocok dengan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit, kemudian didiamkan, disaring dan selanjutnya zeolit-H yang diperoleh dicuci dengan akuades. Zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C sampai berat konstan.

3.4.3 Pembuatan larutan sampel

3.4.3.1 Larutan sampel MnCl^+

Padatan $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,3076 gram dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan Mn^{2+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah HCl 9 M sampai tanda batas.

3.4.3.2 Larutan sampel FeCl_4^-

Padatan $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,8634 gram dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan Fe^{3+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah HCl 9 M sampai tanda batas.

3.4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit

Zeolit yang sudah diaktifasi ditimbang 1,00 gram, di masukkan dalam erlenmeyer 250 ml. Selanjutnya dijenuhkan dengan 100 ml larutan Mn^{2+} 300 ppm dan di kocok dengan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 120 menit. Kemudian filtrat disaring dan ditambah akuades sampai tanda batas dalam labu ukur 250 ml. Selanjutnya ditentukan kandungan Mn^{2+} secara

spektrofotometri sinar tampak dan dihitung sebagai Kapasitas Tukar Kation. Dengan cara yang sama dilakukan pada kation Fe^{3+} .

3.4.5 Mempelajari pengaruh fasa gerak terhadap pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} sebagai kompleks kloridanya

Pengaruh fasa gerak ditentukan dengan cara menentukan t_R masing-masing logam pada variasi komposisi fasa gerak. Kemudian dibuat kromatogram untuk menentukan waktu retensinya.

Kolom diisi dengan zeolit yang telah diaktifasi hingga tinggi mencapai 11 cm (10 gram zeolit). Setelah pembasahan zeolit dengan fasa gerak HCl 0,1 M, dimasukkan 1 mL larutan sampel Mn^{2+} , kemudian dielusi dengan HCl 0,1M dengan kecepatan alir 1 mL/menit. Eluat ditampung secara fraksional dengan masing-masing fraksi 10 mL, selanjutnya ditentukan kandungan Mn^{2+} secara spektrofotometri sinar tampak. Dengan cara yang sama, dilakukan menggunakan fasa gerak HCl 0,5M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6). Larutan sampel Fe^{3+} diperlakukan dengan cara yang sama menggunakan variasi komposisi fasa gerak.

3. 5 Analisis Data

3.5.1 Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi

Persamaan regresi linier digunakan untuk membuat kurva baku Fe dan Mn. Secara umum persamaan regresinya dinyatakan sebagai $y = ax$, dimana y adalah serapan Fe atau Mn dan x adalah konsentrasi Fe atau Mn yang terukur. Nilai koefisien a dihitung dengan persamaan:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2}$$

Adapun koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}}$$

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi zeolit

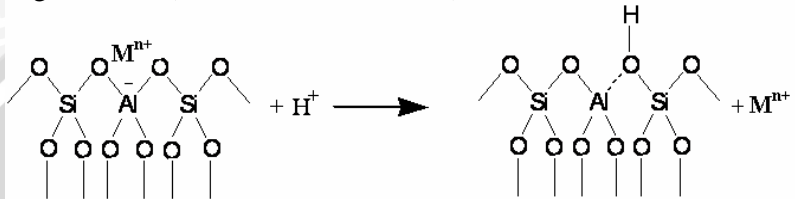
Langkah awal sebelum digunakan sebagai penukar kation, zeolit alam yang berasal dari Turen, Kabupaten Malang ini terlebih dulu dipreparasi. Tujuan preparasi adalah untuk mendapatkan zeolit dengan ukuran yang seragam.

Untuk mendapatkan ukuran yang seragam, zeolit harus dihomogenkan yaitu dengan menggunakan ayakan ukuran 60 dan 80 mesh sehingga didapatkan zeolit dengan ukuran 60-80 mesh (diameter partikel 0,235-0,173 mm). Ukuran ini dipilih dengan tujuan agar pada saat digunakan dalam kolom memberikan hasil yang maksimal. Sedangkan tujuan penghomogenan zeolit adalah untuk mengurangi faktor difusi Eddy yang terjadi dalam kolom. Jika ukuran partikel fasa diam tidak seragam maka celah-celah yang dilalui oleh molekul dalam kolom menjadi bervariasi, ada yang besar dan ada yang kecil. Akibatnya, jalan yang harus dilalui oleh molekul dalam kolom menjadi bervariasi pula, sebagian akan melewati jalan yang lebih pendek sehingga keluar kolom lebih cepat dan sebagian akan melewati jalan yang lebih panjang sehingga keluar kolom lebih lama (Hendayana, 2006). Perbedaan waktu tempuh molekul ini menyebabkan pelebaran dasar puncak dari kromatogram sehingga memberikan hasil pemisahan yang kurang optimum. Selanjutnya zeolit dengan ukuran yang seragam tersebut dicuci dengan akuades sampai netral. Setelah itu zeolit dipanaskan pada oven dengan suhu 105°C yang bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang terkandung pada zeolit setelah dilakukan pencucian.

Aktifasi merupakan proses yang bertujuan untuk meningkatkan sifat-sifat khusus zeolit dengan cara menghilangkan pengotor dan menguapkan air yang terperangkap dalam pori kristal zeolit. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Riani (1999), aktifasi menggunakan HCl 0,5M dapat mengeluarkan kation-kation Na^+ , K^+ , Mg^{2+} dan Ca^{2+} dengan total 62,25 mek/100gram dari dalam struktur zeolit. Aktifasi menggunakan asam mineral menyebabkan kation-kation dalam struktur zeolit tertukar oleh ion H^+ . Ion H^+ tersebut dapat mengaktifkan permukaan zeolit sehingga zeolit mempunyai situs H^+ yang mampu meningkatkan kapasitas tukar kationnya. Aktifasi pada penelitian ini dilakukan dengan cara

mengontakkan zeolit dalam larutan HCl 0,5M dan di kocok dengan pengocok elektrik selama 1 jam dengan kecepatan 200 rpm mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Riani (1999).

Adapun mekanisme pertukaran kation antara ion H^+ dan kation-kation dalam zeolit pada saat aktifasi dapat digambarkan sebagai berikut (Smart dan Elaine, 1992) :



(struktur zeolit tanpa aktifasi)

(struktur zeolit teraktifasi)

Berdasarkan struktur zeolit teraktifasi dapat dijelaskan bahwa zeolit mempunyai situs asam Bronsted sehingga atom H pada situs asam Bronsted ini mudah dilepaskan kembali ke dalam larutan sebagai H^+ melalui proses pertukaran kation. Hal ini dibuktikan dengan adanya penurunan pH filtrat ketika dilakukan pertukaran kation pada zeolit tanpa aktifasi dibandingkan dengan zeolit teraktifasi. Data yang mendukung penurunan pH filtrat terlampir pada Tabel L.6.3. Tingkat keasaman (pH) larutan Mn^{2+} sebelum dikontakkan dengan zeolit sebesar 6,55 namun setelah dikontakkan dengan zeolit tanpa aktifasi menurun menjadi 6,37, sedangkan setelah dikontakkan dengan zeolit teraktifasi pH filtrat menjadi 6,16. Nilai KTK Mn^{2+} menggunakan metode titrasi NaOH mengalami peningkatan antara zeolit tanpa aktifasi (5,94 mek/100g) dibandingkan dengan zeolit teraktifasi (13,66 mek/100g). Hal tersebut menunjukkan bahwa terjadi pertukaran kation yang lebih banyak pada zeolit teraktifasi karena adanya situs asam Bronsted pada struktur zeolit yang telah diaktifasi.

4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit

Penentuan kapasitas tukar kation zeolit diperlukan untuk mengetahui kemampuan zeolit menukarkan kation sehingga dapat diketahui berapa jumlah sampel maksimum yang dimasukkan untuk memperoleh hasil yang optimum.

Zeolit mempunyai kemampuan tukar kation berbeda untuk setiap ion. Hal ini karena kation dengan muatan besar diikat lebih

kuat dan lebih banyak daripada yang muatannya lebih kecil. Selain muatan, ukuran ion juga sangat berpengaruh terhadap daya tukar ion, karena ion-ion tersebut akan menempati pori-pori yang ada pada zeolit. Ion dengan ukuran lebih kecil dari pori akan sedikit diserap dan sebagian akan lolos, yang ukurannya tepat sama akan cenderung ditahan sedangkan yang ukurannya lebih besar dari pori cenderung untuk lolos. Reaksi penukaran ion banyak terjadi dalam larutan berair sehingga ukuran jari-jari ion terhidrasi mempengaruhi daya tukar ion (Dorfner, 1991). Nilai KTK Mn^{2+} dan Fe^{3+} menggunakan metode batch tersaji pada Tabel 4.1.

Berdasarkan nilai KTK pada Tabel 4.1 tampak bahwa nilai kapasitas tukar kation Mn^{2+} (85,81 mek/100gram) lebih besar dibandingkan Fe^{3+} (28,40 mek/100gram). Meskipun muatan Mn^{2+} lebih kecil daripada Fe^{3+} namun Mn^{2+} mempunyai kapasitas tukar kation lebih besar. Hal ini dapat dijelaskan bahwa ukuran jari-jari terhidrasi Mn^{2+} lebih kecil daripada Fe^{3+} yaitu masing-masing mempunyai ukuran jari-jari terhidrasi 6 Å dan 9 Å sedangkan jari-jari terhidrasi ion H^+ 6 Å. Dengan demikian Mn^{2+} cenderung lebih mudah mengalami pertukaran kation dengan situs H^+ pada zeolit sehingga ditahan zeolit sedangkan Fe^{3+} cenderung untuk lolos.

Tabel 4.1. Nilai KTK Mn^{2+} dan Fe^{3+}

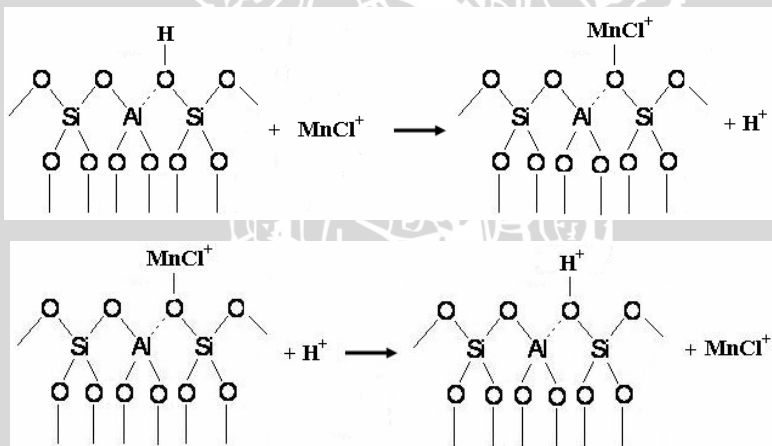
Kation	KTK mek/100gram
Mn^{2+}	85,81
Fe^{3+}	28,40

4.3 Pembentukan kompleks Fe(III) dan Mn(II)

Untuk meningkatkan selektifitas dan efisiensi pemisahan, pengomplekan dilakukan pada penentuan kation logam alkali tanah dan logam transisi (Shpigun dan Yu, 1988). Pada penelitian ini dilakukan pembentukan kompleks Fe^{3+} dan Mn^{2+} dengan HCl 9M. Pembentukan kompleks dengan HCl ini menghasilkan kompleks bermuatan. Reaksi antara ion logam Fe^{3+} dan Mn^{2+} dengan ligan klorida menghasilkan kompleks yang berbeda muatan. Reaksi yang terjadi adalah (Cotton dan Wilkinson, 1989) :



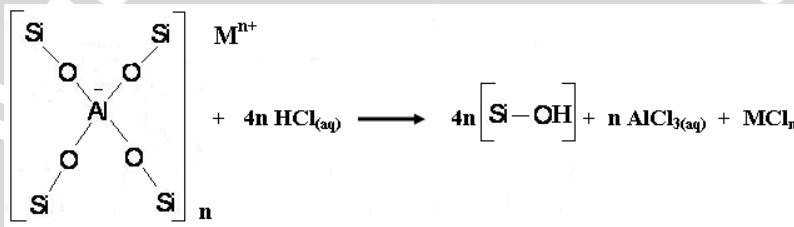
Nilai K merupakan nilai tetapan stabilitas pembentukan kompleks, semakin besar nilai K maka semakin stabil kompleks yang terbentuk. Berdasarkan nilai tetapan stabilitas pembentukan kompleks, kompleks $MnCl^+$ lebih stabil dibandingkan kompleks $FeCl_4^-$. Semakin stabil kompleks yang terbentuk mengakibatkan kompleks semakin tertahan dalam zeolit atau semakin lolos keluar kolom. Kompleks $FeCl_4^-$ merupakan kompleks yang bermuatan negatif sehingga tidak dapat mengalami pertukaran kation dengan situs H^+ zeolit, sehingga $FeCl_4^-$ keluar kolom terlebih dulu. Sedangkan kompleks $MnCl^+$ merupakan kompleks yang bermuatan positif sehingga dapat mengalami pertukaran kation dengan situs H^+ zeolit, maka $MnCl^+$ lebih tertahan dalam kolom. Berdasarkan hal tersebut maka Fe^{3+} dan Mn^{2+} dapat dipisahkan sebagai $FeCl_4^-$ dan $MnCl^+$ menggunakan zeolit teraktifasi sebagai fasa diam. Adapun mekanisme pertukaran kation antara $MnCl^+$ dengan situs H^+ pada struktur zeolit serta pengelusan $MnCl^+$ oleh kation H^+ dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 4.1 Mekanisme pertukaran kation dalam zeolit

4.4 Pengaruh konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Fe(III) sebagai FeCl_4^- dan Mn(II) sebagai MnCl^+

Variasi eluen yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl 0,1M, HCl 0,5M dan akuades sebagai pembanding. Tujuan digunakan HCl untuk mengelusi kation keluar kolom. H^+ sebagai kation pengelusi dapat mengalami pertukaran kation dengan kompleks positif yang tertahan dalam zeolit sehingga kompleks positif terelusi keluar kolom. Pada penelitian ini digunakan fasa gerak HCl 0,1 M dan HCl 0,5 M karena zeolit dapat mengalami dealuminasi pada konsentrasi HCl 1 M yang mekanismenya terlihat pada Gambar 4.2 (Setiawan, 2002).

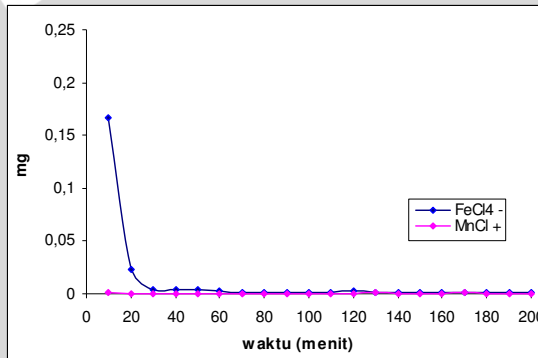


Gambar 4.2 Dealuminasi Zeolit

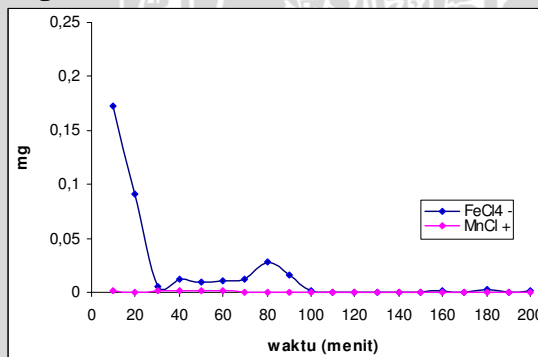
Variasi fasa gerak yang dipelajari menghasilkan kromatogram Gambar 4.3, Gambar 4.4 dan Gambar 4.5. Ketiga kromatogram tersebut menunjukkan pola pemisahan yang hampir sama. Hal ini dapat dijelaskan bahwa FeCl_4^- yang merupakan kompleks negatif ini tidak dapat mengalami pertukaran dengan H^+ pada zeolit sehingga keluar kolom bersama-sama eluen. Sedangkan MnCl^+ yang bermuatan positif dapat menggantikan H^+ dalam zeolit, akibatnya lebih tertahan dalam kolom. Pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} menunjukkan bahwa MnCl^+ lebih stabil terikat dengan zeolit dibandingkan FeCl_4^- , sehingga membutuhkan waktu yang lebih lama untuk terelusi keluar kolom akibatnya sulit untuk menentukan waktu retensinya.

Fasa gerak akuades sebagai pembanding, tidak dapat mengelusi MnCl^+ sehingga kompleks MnCl^+ tertahan pada zeolit. Sedangkan FeCl_4^- dapat keluar kolom karena bentuknya sebagai kompleks negatif. Kromatogram Gambar 4.4 menunjukkan bahwa FeCl_4^- menghasilkan puncak pada menit ke-80, hal tersebut dapat

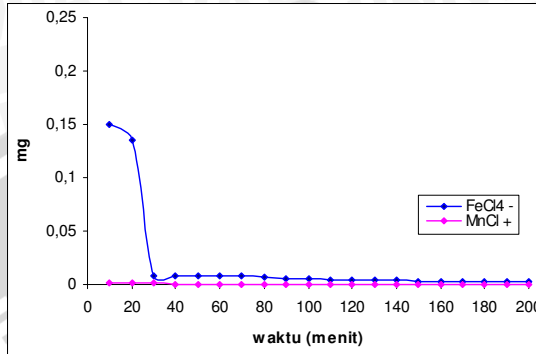
dijelaskan bahwa fasa gerak HCl 0,1M relatif encer sehingga memungkinkan terbentuknya spesies Fe^{3+} hasil spesiasi kompleks FeCl_4^- akibatnya hanya 0,1929 mg FeCl_4^- yang keluar kolom. Fe^{3+} dapat mengalami pertukaran kation dengan zeolit karena muatannya positif sehingga dapat tertahan dalam kolom dan keluar pada menit ke-80. Sedangkan Gambar 4.5 dapat dijelaskan bahwa pada saat menggunakan eluen HCl 0,5M kedua kompleks semakin stabil akibat kenaikan konsentrasi eluen. Sehingga MnCl^+ semakin tertahan pada kolom dan hanya dapat terelusi sebesar 0,0139 mg sedangkan FeCl_4^- keluar kolom dengan jumlah yang lebih banyak yaitu sebesar 0,3742 mg.



Gambar 4.3. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak akuades



Gambar 4.4. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak HCl 0,1M

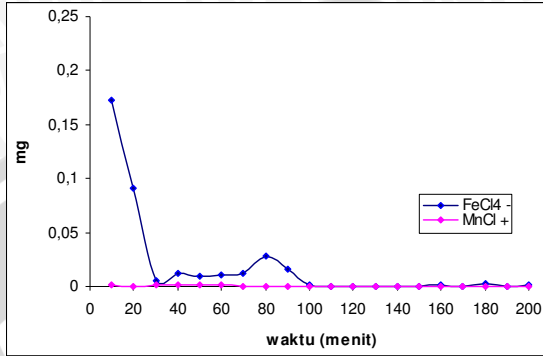


Gambar 4.5. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak HCl 0,5M

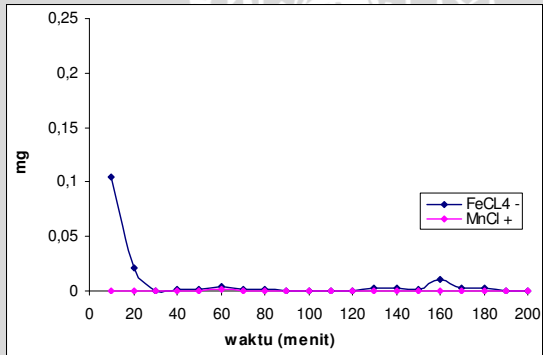
4.5 Pengaruh metanol terhadap pola pemisahan Fe(III) sebagai FeCl_4^- dan Mn(II) sebagai MnCl^+

Untuk mengetahui pengaruh metanol pada penelitian ini digunakan variasi fasa gerak campuran HCl-metanol dengan perbandingan 6:4 dan 4:6. Hal tersebut didasarkan pada penelitian Rosanti (2003), pada pengaruh penambahan metanol dihasilkan resolusi (R_s) optimum pada variasi perbandingan HCl 1M-metanol (6:4) sebesar 0,047.

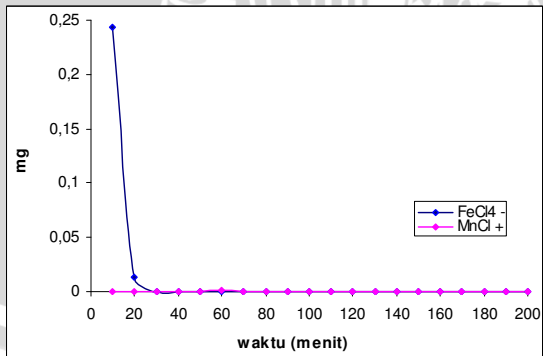
Pengaruh fasa gerak campuran HCl 0,1M dengan metanol perbandingan 4:6 dan 6:4 terhadap kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ tersaji pada Gambar 4.6, Gambar 4.7, dan Gambar 4.8. Penambahan zat organik dalam fasa gerak pada kromatografi penukar kation menghasilkan puncak kromatogram yang tajam dan mengurangi waktu retensi (Shpigun dan Yu, 1988). Penambahan pelarut organik dapat meningkatkan kestabilan suatu kation untuk membentuk kompleks dengan ligan. Ligan pada kompleks akan berpasangan lebih kuat dalam sistem pelarut organik dibandingkan dalam air. Namun, pada penelitian ini diperoleh hasil yang berbeda. Penambahan metanol pada fasa gerak HCl tidak memberikan pengaruh pada pola pemisahan Fe^{3+} dan Mn^{2+} .



Gambar 4.6. Kromatogram FeCl₄⁻ dan MnCl⁺ menggunakan fasa gerak HCl 0,1M



Gambar 4.7. Kromatogram FeCl₄⁻ dan MnCl⁺ menggunakan fasa gerak HCl 0,1M-metanol (6:4)



Gambar 4.8. Kromatogram FeCl₄⁻ dan MnCl⁺ menggunakan fasa gerak HCl 0,1M-metanol (4:6)

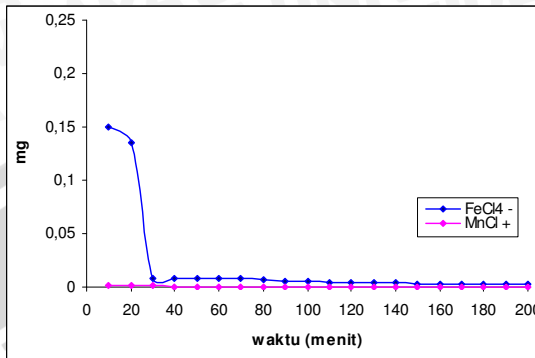
Fasa gerak campuran HCl 0,1M-metanol (6:4) mempunyai kepolaran yang lebih kecil daripada fasa gerak HCl 0,1M, hal ini mengakibatkan kompleks $MnCl^+$ semakin tertahan dalam kolom karena perbedaan kepolarannya dengan fasa gerak sehingga hanya sebesar 0,0072 mg $MnCl^+$ yang keluar kolom. Sedangkan kompleks $FeCl_4^-$ keluar kolom namun dengan jumlah yang lebih sedikit yaitu 0,1614 mg dibandingkan pada saat menggunakan fasa gerak HCl 0,1M, hal ini disebabkan distribusi Cl^- untuk kompleks $FeCl_4^-$ berkurang akibat adanya metanol. Kondisi ini juga mempengaruhi kestabilan kompleks $FeCl_4^-$ yang mengakibatkan spesiasi kompleks $FeCl_4^-$ menghasilkan spesies Fe^{3+} , namun Fe^{3+} lebih tertahan dalam kolom dibandingkan saat menggunakan fasa gerak HCl 0,1M. Hal tersebut ditunjukkan adanya pergeseran dasar puncak pada menit ke-160 pada Gambar 4.7. Kromatogram fasa gerak campuran HCl 0,1M-metanol (4:6) yang tersaji pada Gambar 4.8, menunjukkan bahwa $MnCl^+$ semakin tertahan dalam kolom akibat perbedaan kepolaran dengan fasa gerak. Adanya metanol yang cukup banyak meningkatkan kestabilan kompleks $MnCl^+$ dan $FeCl_4^-$ sehingga kompleks $FeCl_4^-$ keluar kolom dengan jumlah yang lebih banyak yaitu sebesar 0,2609 mg

Peningkatan konsentrasi HCl 0,5M pada variasi penambahan metanol tidak memberikan hasil yang berbeda jauh. Hal tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.9, Gambar 4.10 dan Gambar 4.11. Penambahan metanol pada fasa gerak HCl 0,5M-metanol (6:4) yang tersaji pada Gambar 4.10, mengakibatkan kestabilan kompleks $FeCl_4^-$ semakin tinggi, sehingga $FeCl_4^-$ keluar kolom dengan jumlah yang lebih banyak daripada menggunakan fasa gerak HCl 0,5M yaitu sebesar 0,3963 mg. Namun pada Gambar 4.11 kompleks $FeCl_4^-$ keluar kolom dengan jumlah 0,2459 mg. Hal ini karena penambahan metanol yang lebih banyak mengganggu distribusi ion Cl^- pada kestabilan kompleks $FeCl_4^-$ akibatnya $FeCl_4^-$ keluar kolom dengan jumlah yang lebih kecil daripada menggunakan fasa gerak HCl 0,5M-metanol (6:4). Sedangkan $MnCl^+$ semakin tertahan dalam kolom karena perbedaan kepolaran dengan fasa gerak yaitu hanya dapat terelusi sebesar 0,0075 mg.

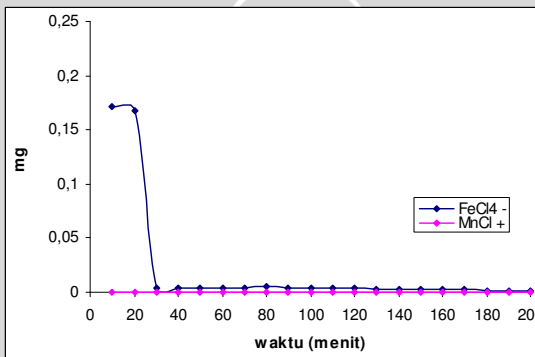
Komposisi fasa gerak yang digunakan dalam penelitian ini tidak dapat mengelusi $MnCl^+$, hal ini menunjukkan bahwa $MnCl^+$ terikat kuat pada zeolit. Jika digunakan HCl dengan konsentrasi yang lebih tinggi akan menyebabkan zeolit mengalami dealuminasi dan mengakibatkan rusaknya struktur aktif zeolit. Maka harus dicari

komposisi fasa gerak lain yang lebih tepat untuk mengelusi MnCl^+ . Sedangkan bentuk kromatogram FeCl_4^- hampir sama pada semua fasa gerak yaitu keluar kolom dengan jumlah yang besar pada menit-menit pertama dan sangat kecil pada menit-menit selanjutnya. Hal ini merupakan tailing dari kromatogram FeCl_4^- yang disebabkan oleh faktor difusi Eddy sehingga jalan tempuh untuk keluar kolom menjadi panjang.

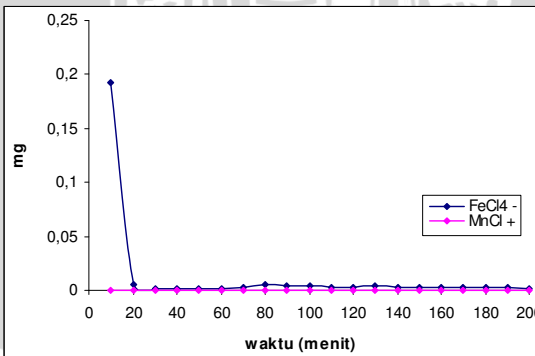
Peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl 0,5 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom menjadi 1,9 kali dari fasa gerak HCl 0,1 M, sedangkan jumlah MnCl^+ yang dapat terelusi menurun dari 0,0139 mg menjadi 0,0110 mg. Penambahan metanol pada fasa gerak HCl 0,1 M menyebabkan FeCl_4^- keluar kolom dengan jumlah yang lebih sedikit yaitu 0,2609 mg pada fasa gerak HCl 0,1 M-metanol (4:6) dan 0,1614 mg pada HCl 0,1 M (6:4). MnCl^+ yang dapat terelusi menggunakan fasa gerak HCl 0,1 M-metanol (4:6) sebesar 0,0083 mg dan 0,0072 mg pada HCl 0,1 M (6:4). Penambahan metanol pada fasa gerak HCl 0,5 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom semakin banyak yaitu sebesar 0,2459 mg pada HCl 0,5 M-metanol(4:6) dan meningkat menjadi 1,65 kali pada HCl 0,5 M-metanol (6:4) yaitu sebesar 0,3963 mg.



Gambar 4.9. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak HCl 0,5M



Gambar 4.10. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak HCl 0,5M-metanol (6:4)



Gambar 4.11. Kromatogram FeCl_4^- dan MnCl^+ menggunakan fasa gerak HCl 0,5M-metanol (4:6)

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa :

- Peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom meningkat sedangkan jumlah MnCl^+ yang dapat terelusi menjadi lebih kecil
- Penambahan metanol pada HCl 0,1 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- dan MnCl^+ yang keluar kolom menjadi lebih kecil, sedangkan penambahan metanol pada HCl 0,5 M menyebabkan jumlah FeCl_4^- yang keluar kolom meningkat.
- Pola pemisahan yang paling baik dihasilkan pada penggunaan komposisi fasa gerak HCl 0,5M-metanol (6:4).

5.2 Saran

Untuk mendapatkan pola pemisahan FeCl_4^- dan MnCl^+ yang lebih baik, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang komposisi fasa gerak yang dapat mengelusi MnCl^+ .

DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J. 1994. Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Alih Bahasa Pudjaatmaka. H.A. dan Setiono. L. Buku Kedokteran EGC. Jakarta. hal. 192, 558.
- Cotton, F.A. dan G. Wilkinson. 1989. Kimia Anorganik Dasar. Universitas Indonesia. Jakarta. hal. 459, 465-466.
- Dorfner, K. 1991. Ion Exchanger. Walter de Gruyter & Co. Berlin. 474-475.
- Edward, F.T. Lee and Lovat V.C. Rees. 1987. Dealumination of Sodium Y Zeolit with Hydrochloric Acid. J of the Chemical Society. Vol 83. pp.1531-1533.
- Field, T.B and W.A.E. McBryde. 1981. Apparent Stability Constants of Proton and Metal Ion Complexes of Glycine, Iminodiacetic Acid, Nitrilotriacetic Acid, and Triethylenetetramine in Aqueous methanol. J of Chemistry. Vol 59. pp 555.
- Haddad, P.R. and Jacson, P.E. 1994. Ion Chromatography : Principles and Application. Elsevier science Publisher, B.V. Amsterdam.
- Hendayana, S. 2006. Kimia Pemisahan : Metode Kromatografi Dan Elektroforesis Modern. PT Remaja Rosakarya. Bandung. hal. 22-23.
- Khopkar, S.M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Alih Bahasa Saptoraharjo. Universitas Indonesia Press.
- Othmer, D.F. and Kirk. 1982. Encyclopedia of Chemical Technology Vol 15. Jhon Wiley and Sons. New York.
- Prayitno, K.B. 1989. Zeolite sebagai Industri Komoditi Mineral di Indonesia. Majalah BPPT No XXXV. Bandung.

- Riani, B. 1999. Pengaruh Konsentrasi HCl Pada Proses Aktifasi Zeolit Alam Turen Terhadap Kapasitas Tukar Kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Skripsi Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang.
- Rosanti, V.F. 2003. Studi Pengaruh Komposisi Fasa Gerak (HCl-Metanol) Terhadap Pemisahan Ni^{2+} Dan Co^{2+} Menggunakan Fasa Diam Zeolit Pada Kromatografi Kolom. Skripsi. FMIPA. Jurusan Kimia. Universitas Brawijaya. Malang.
- Setiawan, D. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis. Jurnal Ilmu Dasar, Vol 3 No. 2. hal 103-109
- Smart, L. and Elaine M. 1992. Solid State Chemistry An Introduction. Chapman and Hall. 2-6 Boundary Row. London. hal 183-205.
- Shpigun, O. and Yu. A, Z. 1988. Ion Chromatography In Water Analysis. John Wiley & Sons. New York. hal 69-72.
- Sutarti, M. dan Minta, R. 1991. Zeolit Tinjauan Literatur. Edisi 1. PDII. Jakarta. hal. 1-45.
- Suyartono. 1992. Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit dalam Buletin PPTM. vol 13. No.4. Bandung.
- Vogel, A. 1994. Buku Ajar Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Edisi 4. Alih Bahasa Drs. R Soentoro. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- Weber, Jr. W. J. 1972. Physicochemical Process For Water Quality Control. John Wiley Interscience. New York. hal 199, 229-296.

LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

L.1.1 Larutan Mn^{2+} 1000 ppm

Padatan $MnSO_4 \cdot H_2O$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,3076 g dan dilarutkan dengan 50 ml akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan Mn^{2+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah akuades hingga tanda batas.

L.1.2 Larutan Fe^{3+} 1000 ppm

Padatan $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,8634 g dan dilarutkan dengan 50 ml akuades dalam gelas kimia 100 ml lalu ditambah 3 ml H_2SO_4 pekat. Larutan Fe^{3+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah akuades hingga tanda batas.

L.1.3 Larutan sampel $MnCl^+$

Padatan $MnSO_4 \cdot H_2O$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,3076 g dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan Mn^{2+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah HCl 9 M hingga tanda batas.

L.1.4 Larutan sampel $FeCl_4^-$

Padatan $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ditimbang dengan teliti sebanyak 0,8634 g dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan Fe^{3+} kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah HCl 9 M hingga tanda batas.

L.1.5 Larutan HCl 0,1 M

Dipipet 8,3 ml larutan HCl pekat dan ditambah akuades hingga tanda batas dalam labu ukur 1000 ml.

L.1.6 Larutan HCl 0,5 M

Dipipet 41,4 ml larutan HCl pekat dan ditambah akuades hingga tanda batas dalam labu ukur 1000 ml.

L.1.7 Larutan HCl 0,1 M-metanol (6:4)

Larutan HCl 0,1 M sebanyak 600 ml dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian ditambah 400 ml metanol hingga tanda batas.

L.1.8 Larutan HCl 0,1 M-metanol (4:6)

Larutan HCl 0,1 M sebanyak 400 ml dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian ditambah 600 ml metanol hingga tanda batas.

L.1.9 Larutan HCl 0,5 M-metanol (6:4)

Larutan HCl 0,5 M sebanyak 600 ml dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian ditambah 400 ml metanol hingga tanda batas.

L.1.10 Larutan HCl 0,5M-metanol (4:6)

Larutan HCl 0,5 M sebanyak 400 ml dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml kemudian ditambah 600 ml metanol hingga tanda batas.

L.1.11 Larutan Asam Nitrat 4 M

Dipipet 27,5 mL larutan asam nitrat (65 %, $\rho = 1,41 \text{ kg/L}$) dan ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 100 ml.

L.1.12 Larutan KSCN 2 M

Padatan KSCN ditimbang dengan teliti sebanyak 19,43 g dan dilarutkan dengan 50 ml akuades dalam gelas kimia 100 ml. Larutan KSCN kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambah akuades hingga tanda batas.

L.1.13 Larutan NaOH 0,1 N

Padatan NaOH ditimbang dengan teliti sebanyak 0,2 g dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 50 ml. Larutan NaOH kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 ml dan ditambah akuades hingga tanda batas.

LAMPIRAN 2. Perhitungan Preparasi Larutan

L.2.1 Larutan Mn^{2+} 1000 ppm

Untuk membuat larutan Mn^{2+} 1000 ppm 100 ml, maka :

$$\begin{aligned}\text{berat } Mn^{2+} \text{ dalam larutan} &= 1000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 100 \text{ mg} \\ &= 0,1 \text{ g } Mn^{2+}\end{aligned}$$

$$\text{berat } MnSO_4 \cdot H_2O = \frac{Mr_{MnSO_4 \cdot H_2O}}{Ar_{Mn}} \times \text{berat } Mn$$

$$\begin{aligned}&= \frac{169,02 \text{ g/mol}}{54,94 \text{ g/mol}} \times 0,1 \text{ g} \\ &= 0,308 \text{ g}\end{aligned}$$

jadi berat $MnSO_4 \cdot H_2O$ yang ditimbang adalah 0,308 g

L.2.2 Larutan Fe^{3+} 1000 ppm

Untuk membuat larutan Fe^{3+} 1000 ppm 100 ml, maka :

$$\begin{aligned}\text{berat } Fe^{3+} \text{ dalam larutan} &= 1000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 100 \text{ mg} \\ &= 0,1 \text{ g } Fe^{3+}\end{aligned}$$

$$\text{berat } NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O = \frac{Mr_{NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O}}{Ar_{Fe}} \times 0,1 \text{ g}$$

$$\begin{aligned}&= \frac{482,19 \text{ g/mol}}{55,85 \text{ g/mol}} \times 0,1 \text{ g} \\ &= 0,863 \text{ g}\end{aligned}$$

jadi berat $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ yang ditimbang adalah 0,863 g

L.2.3 Larutan HCl 0,1 M

Untuk membuat 1000 ml larutan HCl 0,1 M dari larutan HCl pekat (37 %; $\rho = 1,19 \text{ kg/L}$), maka :

$$\begin{aligned}\text{mol HCl} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 0,1 \text{ M} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,1 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa HCl} &= \text{mol HCl} \times \text{Mr HCl} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 36,5 \text{ g/mol} \\ &= 3,65 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{volume HCl} &= \frac{\text{massa}}{\text{kadar} \times \text{massajenis}} \\ &= \frac{3,65 \text{ g}}{0,37 \times 1,19 \text{ g/ml}} \\ &= 8,3 \text{ ml}\end{aligned}$$

jadi volume HCl yang dipipet adalah 8,3 ml.

L.2.4 Larutan HCl 0,5 M

Untuk membuat 1000 ml larutan HCl 0,5 M dari larutan HCl pekat (37 %; bj = 1,19 kg/L), maka :

$$\begin{aligned}\text{mol HCl} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 0,5 \text{ M} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,5 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa HCl} &= \text{mol HCl} \times \text{Mr HCl} \\ &= 0,5 \text{ mol} \times 36,5 \text{ g/mol} \\ &= 18,25 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{volume HCl} &= \frac{\text{massa}}{\text{kadar} \times \text{massajenis}} \\ &= \frac{18,25 \text{ g}}{0,37 \times 1,19 \text{ g/ml}} \\ &= 41,4 \text{ ml}\end{aligned}$$

jadi volume HCl yang dipipet adalah 41,4 ml.

L.2.5 Larutan Asam Nitrat 4 M

Untuk membuat 100 mL larutan HNO₃ 4 M dari larutan HNO₃ pekat (65 %; bj = 1,41 kg/L), maka :

$$\begin{aligned}\text{mol HNO}_3 &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 4 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,4 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr HNO}_3 \\ &= 0,4 \text{ mol} \times 63 \text{ g/mol} \\ &= 25,2 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{volume HNO}_3 &= \frac{\text{massa}}{\text{kadar} \times \text{massajenis}} \\ &= \frac{25,2 \text{ g}}{0,65 \times 1,41 \text{ g/ml}} \\ &= 27,5 \text{ ml}\end{aligned}$$

jadi volume HNO₃ yang dipipet adalah 27,5 ml

L.2.6 Larutan KSCN 2 M

Untuk membuat 100 ml larutan KSCN 2 M maka :

$$\begin{aligned}\text{mol KSCN} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 2 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,2 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa KSCN} &= \text{mol KSCN} \times \text{Mr KSCN} \\ &= 0,2 \text{ mol} \times 97,16 \text{ g/mol} \\ &= 19,43 \text{ g}\end{aligned}$$

jadi berat KSCN yang ditimbang adalah 19,43 g

L.2.7 Larutan NaOH 0,1 N

Untuk membuat 50 ml larutan NaOH 0,1 N maka :

$$\begin{aligned}\text{mol NaOH} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 0,1 \text{ N} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,005 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,005 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 0,2 \text{ g}\end{aligned}$$

jadi berat NaOH yang ditimbang adalah 0,2 g

LAMPIRAN 3. Standarisasi Larutan NaOH

Ditimbang dengan teliti 0,6314 g H₂C₂O₄.2H₂O dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades. Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Dipipet 5 mL larutan H₂C₂O₄.2H₂O menggunakan pipet volume, ditambah 10 mL akuades dalam erlenmeyer 100 ml kemudian ditambah 1-2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna.

Reaksi :



$$\text{mol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O dalam 100 ml} = \frac{0,631 \text{ g}}{126 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,005 \text{ mol}$$

$$\text{mol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O dalam 5 ml} = \frac{5}{100} \times 0,005 \text{ mol}$$
$$= 0,00025 \text{ mol}$$

$$\text{ekivalen NaOH} = \text{ekivalen H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{mol NaOH} = 2 \text{ mol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$= 2 \times 0,00025 \text{ mol}$$

$$= 0,0005 \text{ mol}$$

$$= 0,5 \text{ mmol}$$

$$[\text{NaOH}] = \frac{\text{mmol NaOH}}{\text{ml NaOH}}$$

$$= \frac{0,5 \text{ mmol}}{5,05 \text{ ml}}$$

$$= 0,099 \text{ N}$$

Tabel L.3.1 Volume titrasi NaOH

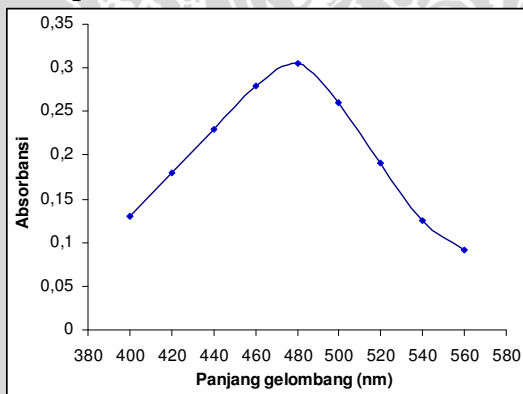
No	V asam oksalat (ml)	V NaOH (ml)
1	5	5,04
2	5	5,06
	V rata-rata	5,05

LAMPIRAN 4. Penentuan Kurva Baku Fe³⁺ dan Mn²⁺

L.4.1 Data serapan Fe³⁺ pada berbagai panjang gelombang

λ (nm)	Absorbansi		Rata-rata
	1	2	
400	0,1367	0,1249	0,1308
420	0,1871	0,1739	0,1805
440	0,2366	0,2218	0,2292
460	0,2840	0,2757	0,2799
480	0,3098	0,3010	0,3054
500	0,2676	0,2518	0,2597
520	0,1938	0,1871	0,1905
540	0,1308	0,1192	0,1250
560	0,0969	0,0862	0,0916

L.4.2 Kurva serapan Fe³⁺



L.4.3 Data Penentuan Kurva Baku Fe³⁺

[Fe ³⁺] ppm	Absorbansi		Rata-rata
	1	2	
0	0,000	0,0000	0,0000
1	0,1739	0,1675	0,1707
2	0,3054	0,3054	0,3054
3	0,4437	0,4437	0,4437
4	0,5768	0,6021	0,5895
5	0,7212	0,7447	0,7330

L.4.4 Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku Fe³⁺

[Fe ³⁺] (Xi)	Absorbansi (Yi)	Xi ²	Yi ²	XiYi
0	0,0000	0	0	0
1	0,1707	1	0,0291	0,1707
2	0,3054	4	0,0933	0,6108
3	0,4437	9	0,1969	1,3311
4	0,5895	16	0,3475	2,3580
5	0,7330	25	0,5373	3,6650

Persamaan garis $y = 0,1479x$

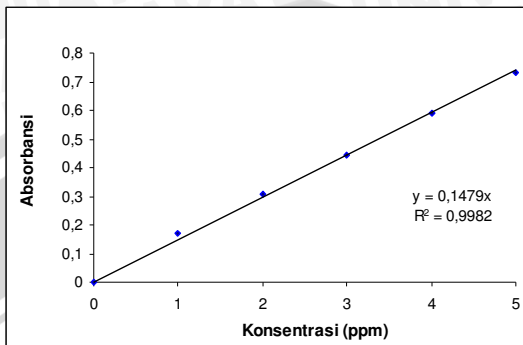
Untuk mencari nilai a digunakan persamaan :

$$a = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2} = \frac{8,1356}{55} = 0,1479$$

koefisien regresi dari persamaan garis $y = ax$

$$R^2 = \frac{\sum x_i y_i}{\sqrt{\sum x_i^2 \sum y_i^2}} = \frac{8,1356}{8,1379} = 0,9997$$

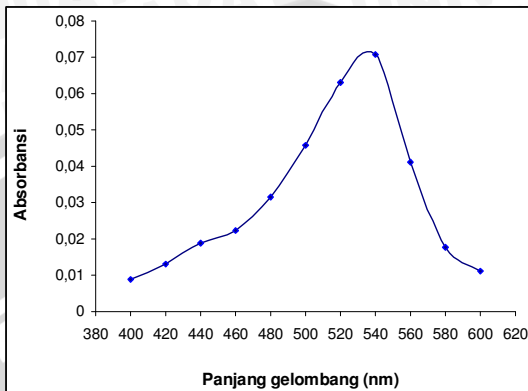
L.4.5 Kurva Baku Fe³⁺



L.4.6 Data serapan Mn²⁺ pada berbagai panjang gelombang

λ (nm)	Absorbansi		Rata-rata
	1	2	
400	0,0088	0,0088	0,0088
420	0,0132	0,0132	0,0132
440	0,0223	0,0155	0,0189
460	0,0269	0,0177	0,0223
480	0,0362	0,0269	0,0316
500	0,0506	0,0410	0,0458
520	0,0655	0,0605	0,0630
540	0,0757	0,0655	0,0706
560	0,0458	0,0362	0,0410
580	0,0223	0,0132	0,0178
600	0,0132	0,0088	0,0110

L.4.7 Kurva serapan Mn²⁺



L.4.8 Data Penentuan Kurva Baku Mn²⁺

[Mn ²⁺] ppm	Absorbansi		Rata-rata
	1	2	
0	0,0000	0,0000	0,0000
1	0,0809	0,0861	0,0835
2	0,1612	0,1612	0,1612
3	0,1938	0,2006	0,1972
4	0,2775	0,2989	0,2882
5	0,3516	0,3516	0,3516
6	0,4611	0,4385	0,4498
7	0,4815	0,4815	0,4815
8	0,6108	0,6108	0,6108
10	0,6588	0,6564	0,6576
11	0,7696	0,7696	0,7696

L.4.9 Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku Mn^{2+}

$[Mn^{2+}]$ (X_i)	Absorbansi (Y_i)	X_i^2	Y_i^2	$X_i Y_i$
0	0,0000	0	0	0
1	0,0835	1	0,0069	0,0835
2	0,1612	4	0,0259	0,3224
3	0,1972	9	0,0389	0,5916
4	0,2882	16	0,0831	1,1528
5	0,3516	25	0,1236	1,7580
6	0,4498	36	0,2023	2,6988
7	0,4815	49	0,2318	3,3705
8	0,6108	64	0,3731	4,8864
10	0,6576	100	0,4324	6,5760
11	0,7696	121	0,5923	8,4656

Persamaan garis $y = 0,0704x$

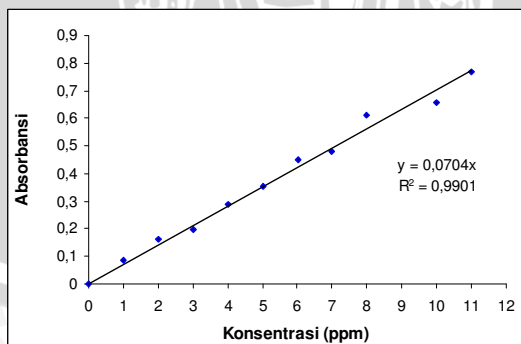
Untuk mencari nilai a digunakan persamaan :

$$a = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2} = \frac{29,9056}{425} = 0,0704$$

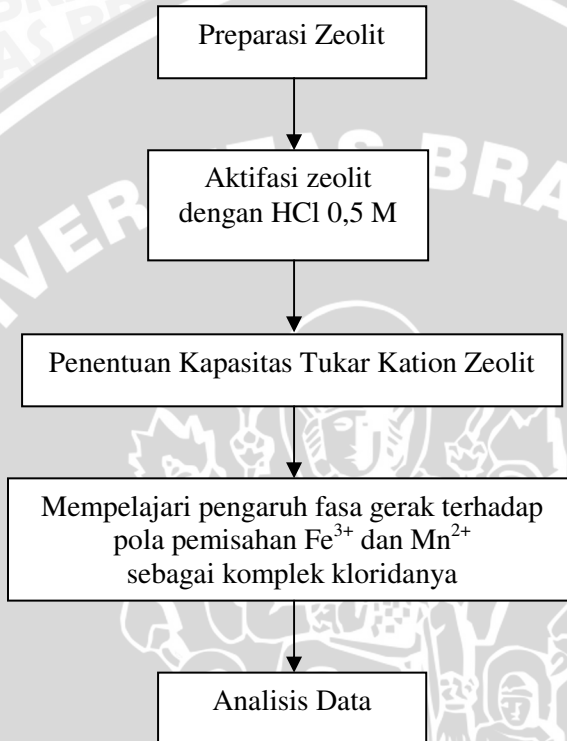
koefisien regresi dari persamaan garis $y = ax$

$$R^2 = \frac{\sum x_i y_i}{\sqrt{\sum x_i^2 \sum y_i^2}} = \frac{29,9056}{29,9479} = 0,9986$$

L.4.10 Kurva Baku Mn^{2+}



LAMPIRAN 5. Diagram Alir Penelitian
L.5.1 Tahapan Penelitian



L.5.2 Pembuatan Kurva Baku Mn^{2+}

Larutan Mn^{2+} 100 ppm

di pipet masing-masing 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1,0 ; 1,25 ; 1,5 ; 1,75 ; 2,0 ; 2,5 ; 2,75 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml
ditambah 1 ml HNO_3 dan dipanaskan 2-3 menit didinginkan
ditambah 0,1 g ammonium persulfat $[(NH_4)_2S_2O_8]$ lalu dididihkan selama 10 menit
dilarutkan dengan 10 ml aquades
ditambah 1 ml 85 % (v/v) H_3PO_4 dan 0,05 g kalium periodat $[KIO_4]$ lalu panaskan selama 3 menit dinginkan dan tandabatkan pada labu ukur 25 ml diukur serapannya pada $\lambda_{max} Mn^{2+}$ 540 nm dibuat kurva hubungan antara konsentrasi Mn^{2+} (sumbu x) dengan serapannya (sumbu y)

Hasil



L.5.3 Pembuatan Kurva Baku Fe³⁺

Larutan Fe³⁺ 100 ppm

- dipipet masing-masing 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1,0 ; 1,25 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml
- ditambah 1 ml HNO₃ pekat lalu dipanaskan
- didinginkan
- ditambah 1 ml larutan KSCN 2 M dan 1 ml HNO₃ 4M
- ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 25 ml
- diukur serapannya pada λ_{\max} Fe³⁺ 480 nm
- dibuat kurva hubungan antara konsentrasi Fe³⁺ (sumbu x) dengan serapannya (sumbu y)

Data



L.5.4 Preparasi zeolit

Zeolit

- ditumbuk
- diayak menggunakan ayakan ukuran 60 mesh
- zeolit lolos di ayak menggunakan ayakan 80 mesh
- zeolit tertahan pada ayakan 80 mesh dicuci dengan akuades
- dikeringkan pada suhu 105°C hingga berat konstan

Zeolit
60-80 mesh

- ditimbang 5,00 gram
- ditambah 100 ml HCl 0,5M dalam erlenmeyer 250 ml
- dishaker selama 60 menit dengan kecepatan 200 rpm
- disaring
- dicuci hingga netral
- dikeringkan pada suhu 105°C hingga berat konstan

Zeolit aktif

L.5.5 Penentuan KTK Zeolit Terhadap Kation Mn^{2+}

L.5.5.1 Pengukuran menggunakan metode spektrofotometri

Zeolit aktif

- ditimbang 1,00 g
- dijenuhkan dengan 100 ml larutan Mn^{2+} 300 ppm dalam erlenmeyer 250 ml
- dikocok dengan pengocok elektrik kecepatan 200 rpm selama 120 menit
- disaring dan ditandabatkan dalam labu ukur 250 ml

filtrat

di pipet 1 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml ditambah 1 ml HNO_3 dan dipanaskan 2-3 menit didinginkan
ditambah 0,1 g ammonium persulfat $[(NH_4)_2S_2O_8]$ lalu didihkan selama 10 menit dilarutkan dengan 10 ml aquades
ditambah 1 ml 85% H_3PO_4 dan 0,05 g kalium periodat $[KIO_4]$ lalu panaskan selama 3 menit dinginkan dan ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 25 ml
diukur serapannya pada $\lambda_{max} Mn^{2+}$ 540 nm
dihitung sebagai Kapasitas Tukar Kation

Data

L.5.5.2 Pengukuran menggunakan metode titrasi

Zeolit tanpa
aktifasi

Zeolit
teraktifasi

- masing-masing ditimbang 1,00 g
- dijenuhkan dengan 100 ml larutan Mn^{2+} 300 ppm yang diketahui pHnya dalam erlenmeyer 250 ml
- dikocok dengan pengocok elektrik kecepatan 200 rpm selama 120 menit
- disaring

filtrat

- diukur pHnya
- dititrasi dengan NaOH 0,099 N
- dihitung sebagai Kapasitas Tukar Kation

Data

L.5.6 Penentuan KTK Zeolit Terhadap Kation Fe^{3+}

L.5.6.1 Pengukuran menggunakan metode spektrofotometri

Zeolit aktif

- ditimbang 1,00 g
- dijenuhkan dengan 100 ml larutan Fe^{3+} 300 ppm dalam Erlenmeyer 250 ml
- dikocok dengan pengocok elektrik kecepatan 200 rpm selama 120 menit
- disaring dan ditandabatkan dalam labu ukur 250 ml

filtrat

- dipipet 1 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml
- ditambah 1 ml HNO_3 pekat lalu dipanaskan
- didinginkan
- ditambah 1 ml larutan KSCN 2 M dan 1 ml HNO_3 4M
- ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 25 ml
- diukur serapannya pada $\lambda_{\text{max}} \text{Fe}^{3+}$ 480 nm
- dihitung sebagai Kapasitas Tukar Kation

Data

L.5.6.2 Pengukuran menggunakan metode titrasi

Zeolit tanpa
aktifasi

Zeolit
teraktifasi

- masing-masing ditimbang 1,00 g
- dijenuhkan dengan 100 ml larutan Fe^{3+} 300 ppm yang diketahui pHnya dalam erlenmeyer 250 ml
- dikocok dengan pengocok elektrik kecepatan 200 rpm selama 120 menit
- disaring

filtrat

- diukur pHnya
- dititrasi dengan NaOH 0,099 N
- dihitung sebagai Kapasitas Tukar Kation

Data

L.5.7 Penentuan t_R Mn^{2+} pada variasi fasa gerak

Zeolit aktif

- ditimbang 10 gram
- dimasukkan kolom hingga tinggi 11 cm
- dimasukkan 1 ml larutan Mn^{2+} 1000 ppm
- dielusi dengan eluen HCl 0,1M

eluat

- ditampung secara fraksional masing-masing 10 ml
- di pipet 1 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml
- ditambah 1 ml HNO_3 dan dipanaskan 2-3 menit
- didinginkan
- ditambah 0,1 g ammonium persulfat $[(NH_4)_2S_2O_8]$ lalu dididihkan selama 10 menit
- dilarutkan dengan 10 ml aquades
- ditambah 1 ml 85% H_3PO_4 dan 0,05 g kalium periodat $[KIO_4]$ lalu panaskan selama 3 menit
- dinginkan dan ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 25 ml
- diukur serapannya pada $\lambda_{max} Mn^{2+}$ 540 nm
- dihitung konsentrasi dan dibuat kromatogram hubungan konsentrasi terhadap waktu

hasil

Dengan cara yang sama dilakukan terhadap sampel dengan variasi fasa gerak HCl 0,5M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6)

L.5.8 Penentuan t_R Fe^{3+} pada variasi fasa gerak

Zeolit aktif

- ditimbang 10 gram
- dimasukkan kolom hingga tinggi 11 cm
- dimasukkan 1 ml larutan Fe^{3+} 1000 ppm
- dielusi dengan eluen HCl 0,1M

eluat

- ditampung secara fraksional masing-masing 10 ml
- dipipet 1 ml dimasukkan gelas kimia 50 ml
- ditambah 1 ml HNO_3 pekat lalu dipanaskan
- didinginkan
- ditambah 1 ml larutan KSCN 2 M dan 1 ml HNO_3 4M
- ditambah akuades hingga tanda batas pada labu ukur 25 ml
- diukur serapannya pada λ_{max} Fe^{3+} 480 nm
- dihitung konsentrasi dan dibuat kromatogram hubungan konsentrasi terhadap waktu

hasil

Dengan cara yang sama dilakukan terhadap sampel dengan variasi fasa gerak HCl 0,5M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6)

LAMPIRAN 6. Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada variasi fasa gerak

L.6.1 Data konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat pada fasa gerak akuades

t (menit)	Fe^{3+}		Mn^{2+}	
	A	mg	A	mg
10	0,0969	0,1637	0,0132	0,0094
20	0,0132	0,0231	0,0088	0,0006
30	0,0132	0,0045	0,0044	0,0001
40	0,0109	0,0037	0,0044	0,0001
50	0,0109	0,0037	0,0088	0,0006
60	0,0088	0,0029	0,0044	0,0001
70	0,0088	0,0017	0,0088	0,0006
80	0,0088	0,0017	0,0088	0,0006
90	0,0044	0,0082	0,0044	0,0001
100	0,0088	0,0017	0,0044	0,0001
110	0,0088	0,0017	0,0088	0,0006
120	0,0132	0,0025	0,0088	0,0006
130	0,0088	0,0017	0,0132	0,0094
140	0,0044	0,0082	0,0044	0,0001
150	0,0088	0,0017	0,0088	0,0006
160	0,0044	0,0082	0,0088	0,0006
170	0,0088	0,0017	0,0132	0,0094
180	0,0088	0,0017	0,0088	0,0006
190	0,0044	0,0082	0,0088	0,0006
200	0,0088	0,0017	0,0044	0,0001
	$\Sigma = 0,1686$		$\Sigma = 0,0351$	

L.6.2 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1M

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	1,0223	1,7280	0,0177	0,0013
20	0,5376	0,0909	0,0088	0,0006
30	0,1427	0,0048	0,0155	0,0011
40	0,3665	0,0124	0,0177	0,0013
50	0,2636	0,0089	0,0223	0,0016
60	0,3010	0,0102	0,0223	0,0016
70	0,3665	0,0124	0,0088	0,0006
80	0,8239	0,0279	0,0088	0,0006
90	0,4815	0,0163	0,0088	0,0006
100	0,0223	0,0008	0,0088	0,0006
110	0,0177	0,0006	0,0088	0,0006
120	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
130	0,0132	0,0005	0,0044	0,0001
140	0,0132	0,0005	0,0088	0,0006
150	0,0177	0,0006	0,0088	0,0006
160	0,0223	0,0008	0,0088	0,0006
170	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
180	0,0862	0,0029	0,0088	0,0006
190	0,0177	0,0006	0,0088	0,0006
200	0,0458	0,0016	0,0044	0,0001
		Σ = 0,1929	Σ = 0,0139	

L.6.3 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5M

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	0,8861	0,1498	0,0177	0,0013
20	0,7959	0,1345	0,0132	0,0009
30	0,2218	0,0075	0,0177	0,0013
40	0,2518	0,0085	0,0044	0,0003
50	0,2596	0,0088	0,0044	0,0003
60	0,2479	0,0084	0,0044	0,0003
70	0,2218	0,0075	0,0044	0,0003
80	0,1871	0,0063	0,0088	0,0006
90	0,1675	0,0057	0,0088	0,0006
100	0,1549	0,0052	0,0088	0,0006
110	0,1249	0,0042	0,0044	0,0003
120	0,1308	0,0044	0,0088	0,0006
130	0,1135	0,0038	0,0088	0,0006
140	0,1024	0,0035	0,0088	0,0006
150	0,0915	0,0031	0,0088	0,0006
160	0,0915	0,0031	0,0044	0,0003
170	0,0862	0,0029	0,0044	0,0003
180	0,0757	0,0026	0,0044	0,0003
190	0,0706	0,0024	0,0088	0,0006
200	0,0605	0,0020	0,0044	0,0003
		Σ = 0,3742	Σ = 0,0110	

L.6.4 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1M-metanol (4:6)

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	0,7212	0,2438	0,0044	0,0001
20	0,0757	0,0128	0,0088	0,0006
30	0,0132	0,0005	0,0088	0,0006
40	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
50	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
60	0,0044	0,0002	0,0132	0,0009
70	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
80	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
90	0,0088	0,0003	0,0044	0,0001
100	0,0044	0,0002	0,0044	0,0001
110	0,0044	0,0002	0,0044	0,0001
120	0,0088	0,0003	0,0088	0,0006
130	0,0044	0,0002	0,0044	0,0001
140	0,0088	0,0003	0,0044	0,0001
150	0,0044	0,0002	0,0044	0,0001
160	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
170	0,0088	0,0003	0,0088	0,0006
180	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
190	0,0044	0,0002	0,0044	0,0001
200	0,0044	0,0002	0,0088	0,0006
		$\Sigma = 0,2609$	$\Sigma = 0,0083$	

L.6.5 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,1M-metanol (6:4)

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	0,6198	0,1048	0,0044	0,0001
20	0,6198	0,0209	0,0088	0,0006
30	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
40	0,0362	0,0012	0,0044	0,0001
50	0,0269	0,0009	0,0088	0,0006
60	0,1079	0,0037	0,0132	0,0009
70	0,0269	0,0009	0,0088	0,0006
80	0,0223	0,0008	0,0088	0,0006
90	0,0177	0,0006	0,0088	0,0006
100	0,0132	0,0005	0,0044	0,0001
110	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
120	0,0088	0,0003	0,0066	0,0005
130	0,0969	0,0033	0,0088	0,0006
140	0,0862	0,0029	0,0044	0,0001
150	0,0458	0,0016	0,0044	0,0001
160	0,3010	0,0102	0,0088	0,0006
170	0,0969	0,0033	0,0088	0,0006
180	0,0915	0,0031	0,0044	0,0001
190	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
200	0,0177	0,0006	0,0044	0,0001
		Σ = 0,1614	Σ = 0,0072	

L.6.6 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5 M-metanol (4:6)

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	0,5686	0,1922	0,0088	0,0006
20	0,1612	0,0055	0,0044	0,0001
30	0,0362	0,0012	0,0088	0,0006
40	0,0409	0,0014	0,0044	0,0001
50	0,0458	0,0016	0,0044	0,0001
60	0,0555	0,0019	0,0088	0,0006
70	0,0605	0,0021	0,0088	0,0006
80	0,1427	0,0048	0,0044	0,0001
90	0,1079	0,0037	0,0088	0,0006
100	0,1135	0,0038	0,0044	0,0001
110	0,0969	0,0033	0,0044	0,0001
120	0,0915	0,0031	0,0088	0,0006
130	0,1024	0,0035	0,0088	0,0006
140	0,0915	0,0031	0,0088	0,0006
150	0,0915	0,0031	0,0044	0,0001
160	0,0862	0,0029	0,0088	0,0006
170	0,0757	0,0026	0,0088	0,0006
180	0,0706	0,0024	0,0088	0,0006
190	0,0605	0,0020	0,0044	0,0001
200	0,0506	0,0017	0,0044	0,0001
		Σ = 0,2459	Σ = 0,0075	

L.6.7 Data konsentrasi Fe³⁺ dan Mn²⁺ dalam eluat pada fasa gerak HCl 0,5 M-metanol (6:4)

t (menit)	Fe ³⁺		Mn ²⁺	
	A	mg	A	mg
10	0,5086	0,1719	0,0088	0,0006
20	0,4948	0,1673	0,0044	0,0001
30	0,1079	0,0037	0,0044	0,0001
40	0,1135	0,0038	0,0044	0,0001
50	0,1024	0,0035	0,0088	0,0006
60	0,1135	0,0038	0,0088	0,0006
70	0,1192	0,0040	0,0066	0,0005
80	0,1612	0,0055	0,0088	0,0006
90	0,1192	0,0040	0,0044	0,0001
100	0,1192	0,0040	0,0044	0,0001
110	0,1135	0,0038	0,0066	0,0005
120	0,1024	0,0035	0,0088	0,0006
130	0,0969	0,0033	0,0088	0,0006
140	0,0915	0,0031	0,0088	0,0006
150	0,0809	0,0027	0,0066	0,0005
160	0,0655	0,0022	0,0088	0,0006
170	0,0605	0,0021	0,0044	0,0001
180	0,0555	0,0019	0,0088	0,0001
190	0,0362	0,0012	0,0044	0,0001
200	0,0301	0,0010	0,0088	0,0006
		Σ = 0,3963	Σ = 0,0077	

Contoh Perhitungan konsentrasi Fe^{3+} dan Mn^{2+} dalam eluat

Data elusi akuades pada $t = 10$ menit

Absorbansi Fe = 0,0969

Absorbansi Mn = 0,0132

$$\begin{aligned} [\text{Fe}^{3+}] \text{ dalam eluat} &= \frac{A}{a} \times fp \\ &= \frac{0,0969}{0,1479} \times 25 \\ &= 16,3793 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka mg } \text{Fe}^{3+} \text{ dalam eluat} &= \text{ppm} \times \text{volume(L)} \\ &= 16,3793 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} \\ &= 0,1637 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} [\text{Mn}^{2+}] \text{ dalam eluat} &= \frac{A}{a} \times fp \\ &= \frac{0,0132}{0,0704} \times 25 \\ &= 0,9396 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka mg } \text{Mn}^{2+} \text{ dalam eluat} &= \text{ppm} \times \text{volume(L)} \\ &= 0,9396 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} \\ &= 0,0094 \text{ mg} \end{aligned}$$

LAMPIRAN 7. Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit Terhadap Fe³⁺ dan Mn²⁺

L.7.1 Data Penentuan Kapasitas Tukar Kation Fe³⁺ dan Mn²⁺

Logam	[Logam] awal (ppm)	Absorbansi		Rata-rata
		1	2	
Fe ³⁺	300	0,5847	0,5847	0,5847
Mn ²⁺	300	0,0724	0,0724	0,0724

Perhitungan Penentuan Kapasitas Tukar Kation Fe³⁺

$$\begin{aligned}
 [\text{Fe}^{3+}] \text{ dalam filtrat} &= \frac{\text{Absorbansi}}{a} \times \text{fp} \\
 &= \frac{0,5847}{0,1479} \times 25 \\
 &= 98,85 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 [\text{Fe}^{3+}] \text{ yang terserap} &= [\text{Fe}^{3+}]_{\text{awal}} - [\text{Fe}^{3+}]_{\text{dalam filtrat}} \\
 &= (300 \text{ mg/L} \times 0,1\text{L}) - (98,85 \text{ mg/L} \times 0,25\text{L}) \\
 &= 5,29 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

Dari [Fe³⁺] yang terserap dalam mg diubah menjadi mek/100g

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{konsentrasi Fe}^{3+} \text{ yang terserap}}{\text{Ar Fe}^{3+}} \times \text{muatan} \times \frac{100 \text{ g zeolit}}{\text{massa zeolit}} \\
 &= \frac{5,29 \text{ mg}}{55,847 \text{ mg / mek}} \times 3 \times \frac{100 \text{ g}}{1 \text{ g}} \\
 &= 28,40 \text{ mek/100g}
 \end{aligned}$$

Perhitungan Penentuan Kapasitas Tukar Kation Mn²⁺

$$\begin{aligned}
 [\text{Mn}^{2+}] \text{ dalam filtrat} &= \frac{\text{Absorbansi}}{a} \times \text{fp} \\
 &= \frac{0,0724}{0,0704} \times 25 \\
 &= 25,71 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 [\text{Mn}^{2+}] \text{ yang terserap} &= [\text{Mn}^{2+}]_{\text{awal}} - [\text{Mn}^{2+}]_{\text{dalam filtrat}} \\
 &= (300 \text{ mg/L} \times 0,1\text{L}) - (25,71 \text{ mg/L} \times 0,25\text{L}) \\
 &= 23,57 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

Dari $[\text{Mn}^{2+}]$ yang terserap dalam mg diubah menjadi mek/100g

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{konsentrasiMn}^{2+} \text{ yang terserap}}{\text{ArMn}^{2+}} \times \text{muatan} \times \frac{100\text{gzeolit}}{\text{massazeolit}} \\
 &= \frac{23,57\text{mg}}{54,94\text{mg / mek}} \times 2 \times \frac{100\text{g}}{1\text{g}} \\
 &= 85,81 \text{ mek/100g}
 \end{aligned}$$

L.7.2 Data perubahan pH filtrat pada proses pertukaran kation menggunakan zeolit tanpa aktifasi dan zeolit teraktifasi

Kation	Zeolit tanpa aktifasi		Zeolit teraktifasi	
	pH awal	pH akhir	pH awal	pH akhir
Mn^{2+}	6,55	6,37	6,55	6,16
Fe^{3+}	2,34	2,32	2,34	2,30

L.7.3 Volume titrasi NaOH untuk filtrat pertukaran kation dan nilai KTK menggunakan zeolit tanpa aktifasi dan zeolit teraktifasi

Kation	Zeolit tanpa aktifasi		Zeolit teraktifasi	
	V NaOH (ml)	KTK (mek/100g)	V NaOH (ml)	KTK (mek/100g)
Mn^{2+}	0,6	5,94	1,38	13,66
Fe^{3+}	0,13	1,29	0,2	1,98

Contoh perhitungan penentuan kapasitas tukar kation menggunakan titrasi NaOH 0,0992 M

$$\begin{aligned}
 \text{KTK} &= \text{V titrasi NaOH} \times [\text{NaOH}] \times \frac{100\text{gzeolit}}{\text{massazeolit}} \\
 &= 0,6 \text{ ml} \times 0,099 \text{ N} \times \frac{100\text{g}}{1\text{g}} \\
 &= 5,94 \text{ mek/100 g}
 \end{aligned}$$