

**PENGARUH FASA GERAK (HCl-METANOL)  
TERHADAP POLA PEMISAHAN Ni(II) DAN Co(II)  
SECARA KROMATOGRAFI PENUKAR KATION  
MENGUNAKAN FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIVASI**

**SKRIPSI**

oleh :  
**RATIH PURNANINGTYAS**  
**0410920046-92**



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

**PENGARUH FASA GERAK (HCl-METANOL)  
TERHADAP POLA PEMISAHAN Ni(II) DAN Co(II)  
SECARA KROMATOGRAFI PENUKAR KATION  
MENGUNAKAN FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIVASI**

**SKRIPSI**

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

oleh :

**RATIH PURNANINGTYAS**

**0410920046-92**



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

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**PENGARUH FASA GERAK (HCl-METANOL)  
TERHADAP POLA PEMISAHAN Ni(II) DAN Co(II)  
SECARA KROMATOGRAFI PENUKAR KATION  
MENGUNAKAN FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIVASI**

oleh

**RATIH PURNANINGTYAS  
0410920046- 92**

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

**Dosen Pembimbing I**

**Dosen Pembimbing II**

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

**Ir. Adam Wiryawan, MS.  
NIP. 131 413 446**

**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 : Ratih Purnaningtyas**

**NIM : 0410920046-92**

**Jurusan : Kimia**

**Penulis skripsi berjudul :**

**Pengaruh Fasa Gerak (HCl-Metanol) Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II) secara Kromatografi Penukar Kation Menggunakan Fasa Diam Zeolit Teraktivasi**

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 tercantum 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, juli 2008  
Yang menyatakan.

(Ratih Purnaningtyas)  
NIM. 0410920046-92

**PENGARUH FASA GERAK (HCl-METANOL)  
TERHADAP POLA PEMISAHAN Ni(II) DAN Co(II)  
SECARA KROMATOGRAFI PENUKAR KATION  
MENGUNAKAN FASA DIAM ZEOLIT TERAKTIVASI**

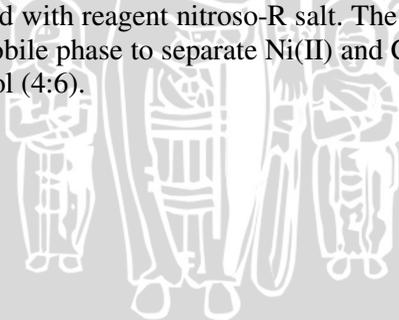
**ABSTRAK**

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh fasa gerak (HCl–Metanol) terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) secara kromatografi penukar kation menggunakan fasa diam zeolit teraktivasi. Zeolit alam yang digunakan berasal dari Turen Malang yang diaktivasi menggunakan HCl 0,5 M. Sampel Ni(II) dan Co(II) dalam bentuk kompleks klorida dengan HCl. Kompleks Co(II) sebagai kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  yang mempunyai muatan negatif tidak dapat dipertukarkan dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit. Spesies Ni(II) terdiri dari spesies kompleks  $\text{NiCl}_4^{2-}$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{NiCl}^+$  dan  $\text{Ni}^{2+}$ . Spesies Ni(II) yang mempunyai muatan positif dapat dipertukarkan dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit, sedangkan spesies Ni(II) yang mempunyai muatan negatif akan keluar dari kolom pada awal pengelusan. Fasa gerak yang dipelajari meliputi akuades, 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). Kadar Ni(II) dan Co(II) dalam eluat ditentukan secara spektrofotometri sinar tampak. Kadar Ni(II) ditentukan dengan penambahan pereaksi dimetilglioksim (DMG). Kadar Co(II) ditentukan dengan pereaksi garam nitroso-R. Hasil penelitian menunjukkan eluen yang menghasilkan pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) terbaik adalah digunakan eluen HCL 0,1 M : metanol dengan perbandingan (4 : 6).

**THE INFLUENCE OF MOBILE PHASE  
(HCl-METHANOL) TOWARD PATTERN OF  
THE SEPARATION OF Ni(II) AND Co(II)  
WITH CATION EXCHANGE CHROMATOGRAPHY  
BY USING ACTIVATED ZEOLITE AS STASIONARY PHASE**

**ABSTRACT**

The research about the influence of mobile phase (HCl-Methanol) toward pattern of the separation of Ni(II) and Co(II) with cation exchange chromatography by using activated zeolite as stasionary phase had been conducted. The used natural zeolite was from Turen Malang which was activated with HCl 0.5 M. Sample containing Ni(II) and Co(II) was previously complexed with chloride. Complex Co as  $\text{CoCl}_3^-$  formed will be retained by cation exchange zeolite. Species Ni(II) consist of  $\text{NiCl}_4^{2-}$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{NiCl}^+$  and  $\text{Ni}^{2+}$ . The cationic complexes of Ni(II) will interact with zeolite, while the anionic complexes should has no interaction with zeolite. The mobile phase used were aquades, HCl 0.1M, HCl 0.5M, HCl 0.1M-methanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0.5M-methanol (6:4) dan (4:6). The concentration of Ni(II) and Co(II) in the eluate were determined by spectrophotometric method. Concentration of Ni(II) was reacted with reagent dimethylglyoxime (DMG). Concentration of Co(II) was reacted with reagent nitroso-R salt. The research found that the effective mobile phase to separate Ni(II) and Co(II) was used HCl 0.1 M- methanol (4:6).



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat 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 Nabi kita Muhammad SAW beserta seluruh umatnya.

Skripsi yang berjudul *Pengaruh Fasa Gerak (HCl-Metanol) terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II) secara Kromatografi Penukar Kation Menggunakan Fasa Diam Zeolit Teraktivasi* 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 Ir. Adam Wiryawan, MS. selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Qonitah Fardiyah S.Si., M.Si. selaku dosen penasihat 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. Dr. Rurini Retnowati, MSi. ; Ir. Bambang Ismuyanto, MS. ; Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc. ; Arie Srihardyastuti., S.Si., M.Kes. selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini.
5. Bapak Aprial, Bapak Darwin dan Mas Bambang atas semua bantuannya selama penelitian ini berlangsung.
6. Ibu dan Bapakku tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya yang tidak terhingga.
7. saudara-saudaraku dan keluarga besarku terima kasih atas semua dukungannya dan semangat yang diberikan.
8. Teman-temanku Kimia 2004, penghuni kos Kertosari 8 terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini.
9. Semua pihak yang telah membantu tersusunnya tugas akhir ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu

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, Juli 2008  
Penulis

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
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
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Kobal .....	4
2.2 Nikel .....	4
2.3 Nikel dan Kobal sebagai Kompleks klorida .....	4
2.4 Zeolit .....	5
2.5 Kapasitas Tukar Kation .....	7
2.6 Kromatografi Pertukaran Ion .....	8
2.7 Efisiensi Kolom .....	8
2.8 Fasa Gerak .....	8
2.9 Waktu Retensi .....	10
2.10 Penentuan Nikel secara Spektrofotometri .....	10
2.11 Penentuan Kobal secara Spektrofotometri .....	11
2.12 Hipotesis .....	12
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	13
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	13
3.2.1 Bahan .....	13
3.2.2 Alat .....	13

3.3 Tahapan Penelitian .....	13
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Preparasi Zeolit .....	14
3.4.2 Aktivasi Zeolit .....	14
3.4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit .....	14
3.4.4 Pembuatan Larutan Sampel .....	15
3.4.5 Penentuan Pengaruh Fasa Gerak Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II) .....	15
3.4.6 Penentuan Sampel Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> .....	16
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Preparasi Zeolit .....	17
4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit .....	17
4.3 Pengaruh Konsentrasi Eluen Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II) .....	19
4.4 Pengaruh Penambahan Metanol pada eluen HCl Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II) .....	21
<b>BAB V KESIMPULAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	26
5.2 Saran .....	26
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>27</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>30</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur mineral zeolit .....	6
Gambar 2.2 Zeolit alam Turen .....	6
Gambar 2.3 Proses aktivasi dengan asam .....	6
Gambar 2.4 Reaksi Pembentukan Kompleks Ni <sup>2+</sup> dengan DMG .....	11
Gambar 2.5 Reaksi Pembentukan Kompleks Co <sup>2+</sup> dengan garam Nitroso-R .....	11
Gambar 4.1 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen akuades .....	19
Gambar 4.2 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M .....	19
Gambar 4.3 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M .....	20
Gambar 4.4 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M .....	22
Gambar 4.5 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M : Metanol = (6:4) .....	22
Gambar 4.6 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M : Metanol = (4:6) .....	22
Gambar 4.7 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M .....	23
Gambar 4.8 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M : Metanol = (6:4) .....	24
Gambar 4.9 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M : Metanol = (4:6) .....	24
Gambar L.4.1 Kurva Baku Ni <sup>2+</sup> .....	46
Gambar L.4.1 Kurva Baku Co <sup>2+</sup> .....	47

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Komponen yang terkandung di dalam Zeolit Turen ..... 5
Tabel L.4.1	Data perhitungan regresi dan korelasi kurva baku Ni <sup>2+</sup> ..... 45
Tabel L.4.2	Data perhitungan regresi dan korelasi kurva baku Co <sup>2+</sup> ..... 46
Tabel L.5.1	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen akuades ..... 48
Tabel L.5.2	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen HCl 0,1 M ..... 49
Tabel L.5.3	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen HCl 0,5 M ..... 50
Tabel L.5.4	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen (HCl 0,1 M : Metanol = 6:4) ..... 51
Tabel L.5.5	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen (HCl 0,1 M : Metanol = 4:6) ..... 52
Tabel L.5.6	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen (HCl 0,5 M : Metanol = 6:4) ..... 53
Tabel L.5.7	Kadar Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> dengan eluen (HCl 0,1 M : Metanol = 4:6) ..... 54
Tabel L.6.1	Hasil standarisasi NaOH dengan Asam Oksalat ..... 55
Tabel L.6.2	Hasil perhitungan penentuan KTK H <sup>+</sup> ..... 55
Tabel L.6.3	Konsentrasi Ni <sup>2+</sup> yang terikat pada zeolit ..... 56
Tabel L.6.4	Hasil perhitungan penentuan KTK Ni <sup>2+</sup> ..... 56

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Pembuatan Larutan .....	30
Lampiran 2 Perhitungan Pembuatan larutan .....	32
Lampiran 3 Skema Kerja.....	38
Lampiran 4 Pembuatan Kurva Baku .....	45
Lampiran 5 Data konsentrasi Ni <sup>2+</sup> dan Co <sup>2+</sup> Hasil Elusi .....	48
Lampiran 6 Penentuan Kapasitas Zeolit sebagai Penukar Kation .....	55
Lampiran 7 Contoh Perhitungan Data .....	57



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Nikel dan kobal merupakan unsur-unsur golongan transisi yang banyak dimanfaatkan sebagai bahan dasar pada industri metalurgi dan kimia. Nikel dan kobal merupakan logam penting yang digunakan pada industri pelapisan baja, industri mesin, kendaraan, pesawat terbang, elektronik, pewarna dan peralatan gelas. Keberadaan nikel dan kobal yang melimpah serta manfaatnya yang cukup besar sebagai bahan industri maka diperlukan pengembangan metode pemisahan untuk mendapatkannya.

Kromatografi penukar kation merupakan salah satu metode pemisahan yang ditujukan untuk spesies-spesies ionik (logam). Proses penukaran ion dapat berlangsung *reversible*, dimana gugus aktif yang terdapat pada fasa diam dapat dipertukarkan secara bolak balik dengan ion analit yang terdapat dalam larutan. Kromatografi penukar kation sering digunakan eluen pengompleks guna memudahkan pengelusan ion logam terutama pada penukar kation asam kuat. Eluen pengompleks yang digunakan biasanya sering ditambahkan suatu pelarut organik seperti metanol.

Zeolit alam dapat digunakan sebagai fasa diam karena zeolit mempunyai kemampuan sebagai penukar kation. Zeolit memiliki struktur bersitus negatif, sehingga dapat mengikat suatu kation untuk menetralkan muatan dan kation tersebut dapat dipertukarkan dengan kation lain. Menurut Dorfner (1991) keuntungan digunakan zeolit dibandingkan dengan penukar ion organik (sintetis) yaitu zeolit mempunyai kestabilan yang tinggi terhadap panas dan radiasi, serta zeolit lebih selektif pada pemisahan.

Penggunaan zeolit sebagai fasa diam mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Rosanti (2003) tentang pemisahan Ni(II) dan Co(II) menggunakan fasa diam zeolit yang hanya diaktifasi secara pemanasan. Hasil penelitian menunjukkan pemisahan yang terjadi kurang optimum. Hal ini diakibatkan nilai kapasitas tukar kation (KTK) dari zeolit yang cenderung rendah. Maka pada penelitian ini dikembangkan dengan aktivasi zeolit secara kimia yaitu dengan menambahkan larutan asam (Riani, 1999). Ion  $H^+$  dapat mengaktifkan permukaan dari zeolit karena asam dapat

melarutkan mineral-mineral pengotor yang ada pada zeolit sehingga pori-pori zeolit lebih terbuka. Proses aktivasi dengan asam menyebabkan zeolit mempunyai situs asam Bronsted yang mudah melepaskan proton, sehingga diharapkan mampu meningkatkan kapasitas tukar kation zeolit.

Masing-masing logam Ni(II) dan Co(II) pada penelitian ini dikomplekskan terlebih dahulu dengan menggunakan HCl 9 M. Ion  $\text{Co}^{2+}$  dalam HCl 9 M dapat membentuk kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  yang bermuatan negatif (Vogel, 1994). Kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  yang bermuatan negatif tidak dapat dipertukarkan dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit yang bermuatan positif sehingga akan keluar dari kolom pada awal pengelusan. Ion  $\text{Ni}^{2+}$  dalam HCl 9 M tidak dapat membentuk kompleks negatif, sehingga  $\text{Ni}^{2+}$  tersebut terikat pada zeolit dan dapat dipertukarkan dengan kation lain pada zeolit.

Pemisahan dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu jenis fasa diam, ukuran partikel fasa diam, laju alir, jenis fasa gerak dan konsentrasi fasa gerak. Jenis fasa gerak dapat mempengaruhi pola pemisahan yang dihasilkan logam Ni(II) dan Co(II). Fasa gerak yang digunakan adalah HCl dan HCl dengan penambahan metanol. Penggunaan HCl selain digunakan sebagai pengompleks dimaksudkan agar  $\text{H}^+$  yang ada dalam fasa gerak dapat ditukarkan dengan kation yang terikat pada zeolit.

Fasa gerak HCl dengan konsentrasi rendah dapat berpengaruh terhadap pembentukan spesies kompleks antara logam dengan ligan. Stabilitas kompleks yang terbentuk dapat ditingkatkan dengan penambahan metanol pada fasa gerak HCl. Konstanta kestabilan kompleks antara logam dengan ligan akan semakin meningkat dengan penambahan metanol (Field dan McBryde, 1981), sehingga penelitian ini dipelajari pengaruh fasa gerak HCl dengan penambahan metanol terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II). Metode kromatografi penukar kation ini dilakukan secara fraksional, sedangkan pendeteksian ion logam pada masing-masing fraksi dilakukan secara spektrofotometri sinar tampak.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu :

- Bagaimana pengaruh peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) ?
- Bagaimana pengaruh penambahan metanol pada fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) ?
- Bagaimana komposisi fasa gerak yang menghasilkan pola pemisahan terbaik ?

### **1.3 Batasan Masalah**

Ruang lingkup penelitian ini dibatasi oleh :

- Zeolit alam yang digunakan berasal dari Turen Malang
- Zeolit berukuran 60-80 mesh
- Zeolit diaktivasi dengan HCl 0,5 M
- Komposisi fasa gerak yang dipelajari adalah akuades, 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)
- Metode yang digunakan adalah metode kromatografi penukar kation dengan laju alir 1 mL/menit, panjang kolom 11 cm dan diameter 1,2 cm

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Berdasar perumusan masalah yang telah dikemukakan di atas, maka penelitian ini bertujuan :

- Mengetahui pengaruh peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II).
- Mengetahui pengaruh penambahan metanol pada fasa gerak HCl terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II).
- Mengetahui komposisi fasa gerak yang menghasilkan pola pemisahan terbaik.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang kemampuan zeolit sebagai penukar kation dengan pengaruh komposisi fasa gerak terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) secara kromatografi penukar kation, sehingga dapat digunakan sebagai acuan untuk pemisahan Ni(II) dan Co(II).

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Kobal

Kobal dalam sistem periodik unsur mempunyai nomor atom dan massa atom 58,9332 g/mol terletak pada periode 4, golongan VIIIB merupakan salah satu unsur transisi yang mempunyai konfigurasi elektron  $[Ar] 3d^7 4s^2$ . Logam kobal memiliki sifat magnetis, berwarna abu-abu, mempunyai titik lebur 1490 °C dan banyak digunakan sebagai bahan dasar pesawat terbang dan campuran logam. Sumber utama kobal adalah beberapa mineral sulfida dan juga mineral laterit (Hawley, 1980).

### 2.2 Nikel

Nikel dengan nomor atom 28 dan massa atom 58,71 g/mol terletak pada periode 4 dan golongan VIIIB merupakan salah satu unsur transisi yang mempunyai konfigurasi elektron  $[Ar] 3d^8 4s^2$ . Logam nikel berwarna putih mengkilap, memiliki sifat magnetis dan titik lebur 1455 °C dan banyak digunakan sebagai bahan pelapis secara elektrokimia dan campuran logam. Sumber utama kobal adalah beberapa mineral sulfida dan juga mineral laterit (Hawley, 1980).

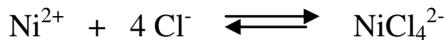
### 2.3 Nikel dan Kobal sebagai Kompleks Klorida

Kromatogram Ni(II) dan Co(II) dipengaruhi oleh perbedaan pembentukan kompleks kloridanya dengan HCl. Menurut Vogel (1994)  $Co^{2+}$  dapat membentuk kompleks dengan  $Cl^-$  yaitu kompleks monovalen  $[CoCl_3]^-$  dalam HCl 9 M. Kompleks bermuatan negatif  $[CoCl_3]^-$  dapat keluar dari kolom pada awal pengelusan karena memiliki muatan yang berbeda dengan situs aktif zeolit yang bermuatan positif, dengan reaksi :



Spesies Ni sebagai kompleks klorida dapat ditemui dalam bentuk  $Ni^{2+}$  dan  $NiCl^+$  (Vogel, 1994). Selain itu menurut Anonim (2008) spesies Ni dapat ditemui sebagai kompleks  $NiCl_2$  dan

menurut Huheey, *et al.*, (1983) spesies Ni sebagai  $\text{NiCl}_4^{2-}$ , masing-masing reaksinya adalah :



## 2.4 Zeolit

Zeolit merupakan kristal alumina silikat dengan struktur tiga dimensi, mempunyai rongga-rongga yang didalamnya 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). 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.

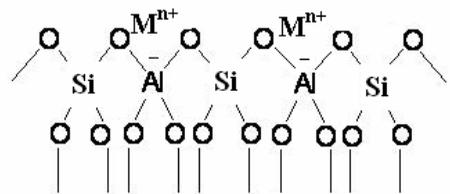
Zeolit alam Turen mempunyai komposisi jenis modernite ( $\text{Na}_8(\text{AlO}_2)_8(\text{SiO}_2)_{40} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ ) dengan komponen yang terkandung didalamnya (Andayani, 2007) :

**Tabel 2.1 Komponen zeolit Turen**

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

Menurut Suyartono (1992) zeolit alam jenis mordenite tersebut mempunyai komposisi kimia terbesar adalah silika (SiO<sub>2</sub>)

64,63%, alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 13,66%,  $\text{CaO}$  3,41%,  $\text{Na}_2\text{O}$  2,09%,  $\text{K}_2\text{O}$  2,05%, lain-lain 11,56%. Sedangkan struktur kerangka senyawa alumina silikat terdiri dari dua bagian yaitu bagian netral dan bagian bermuatan seperti pada Gambar 2.1 (Smart dan Elaine, 1992):

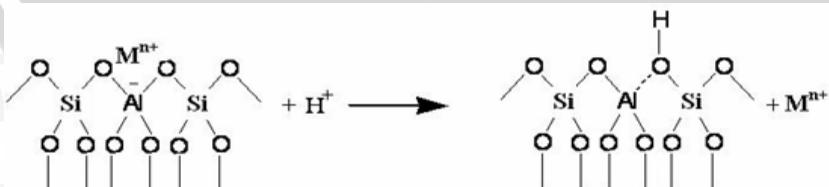


**Gambar 2.1 Struktur mineral zeolit**



**Gambar 2.2 Zeolit alam Turen**

Aktivasi dengan larutan asam dimaksudkan untuk mengganti dengan semua kation-kation yang ada pada zeolit dengan ion  $\text{H}^+$ . Ion  $\text{H}^+$  tersebut dapat mengaktifasi permukaan zeolit sehingga tipe zeolit berubah menjadi  $\text{H}^+$ . Dengan terbentuknya zeolit yang teraktivasi ini akan mempercepat pembentukan situs asam Lewis sehingga dapat menyerap anion dibandingkan dengan zeolit tanpa aktivasi (Suyartono, 1992). Peristiwa pergantian ion logam yang ada dalam zeolit dengan ion hidrogen (Gambar 2.3) akibat dari aktivasi zeolit dengan  $\text{HCl}$  yaitu (Edward dan Lovat, 1987):



**Gambar 2.3 Proses aktivasi dengan asam**

Aktifasi zeolit dengan asam (seperti HCl) dengan konsentrasi tertentu dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi maupun kapasitas tukar kation dari zeolit. Hal ini disebabkan oleh semakin besarnya jumlah ion H<sup>+</sup> yang masuk kedalam struktur zeolit maka semakin besar pula jumlah kation logam alkali atau alkali tanah dalam zeolit yang tergantikan dengan ion H<sup>+</sup> (H-zeolit) sehingga zeolit mempunyai situs aktif yang mudah melepaskan proton yaitu situs asam Bronsted (Poerwadi, 1995).

Proses pertukaran ion adalah proses dimana ion yang terikat secara elektrostatis pada gugus fungsi dipermukaan padatan dipertukarkan dengan ion yang bermuatan sama dari larutan yang dilewatkan pada zat padat tersebut (Weber, 1972). Proses pertukaran ion yang terjadi antara ion dari padatan dan ion dari larutan tersebut merupakan reaksi reversibel. Padatan penukar ion harus mempunyai jaringan molekuler yang terbuka untuk memudahkan ion mobil keluar dan masuk secara bebas (Vogel, 1994).

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 (Sudjadi, 1998) :

Penentuan kapasitas zeolit sebagai penukar kation :



Mekanisme pertukaran ion pada pemisahan Co<sup>2+</sup> dan Ni<sup>2+</sup>



## 2.5 Kapasitas Tukar Kation

Kapasitas tukar kation adalah ukuran kuantitas dari kemampuan zeolit untuk mengikat ion-ion yang dapat dipertukarkan yang tergantung pada jumlah gugus-gugus aktif ion persatuan berat zeolit. Bilangan ini berguna untuk memperkirakan berapa jumlah zeolit yang diperlukan (Smart dan Elaine, 1992). Menurut Anwar, dkk. (1985) pertukaran ion dipengaruhi ukuran, muatan kation dan anion dari zeolit, larutan yang mempertukarkan, temperatur, waktu kontak dan kecepatan difusi.

## 2.6 Kromatografi Pertukaran Ion

Kromatografi menurut IUPAC merupakan metode yang digunakan untuk memisahkan komponen cuplikan, dimana komponen tersebut didistribusikan diantara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fasa diam adalah fasa yang tetap tinggal didalam sistem, dapat berupa padatan atau cairan yang dilapiskan pada permukaan padatan atau gel. Fasa gerak adalah fasa yang bergerak melewati fasa diam didalam 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 penukar kation merupakan salah satu metoda pemisahan untuk spesies-spesies ionik (logam). Proses penukaran 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 (resin). Dalam kromatografi penukar kation sering digunakan eluen pengompleks guna memudahkan pengelusian ion logam terutama pada penukar kation asam kuat. Mekanisme pertukaran kation dapat digambarkan sebagai berikut :



Terjadi pertukaran kation antara kation (ion logam) dengan kation (counter ion) dari resin sehingga resin mengikat kation (ion logam) dan pada saat dielus 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 terelus terlebih dulu (Haddad dan Jacson, 1994).

## 2.7 Efisiensi Kolom

Faktor- faktor yang mempengaruhi efisiensi kolom adalah (Hendayana, 2006) :

- Difusi Eddy yang disebabkan perbedaan waktu tempuh yang dilalui oleh molekul. Di dalam kolom kromatografi terdapat partikel zat padat yang digunakan sebagai fasa diam. Ukuran partikel fasa diam berpengaruh terhadap kromatogram yang dihasilkan. Jika ukuran partikel fasa diam tidak seragam maka

celah-celah yang dilalui molekul dalam kolom menjadi bervariasi, sebagian akan melewati jalan yang lebih pendek sehingga keluar kolom lebih cepat. Molekul yang lain akan melewati jalan yang lebih panjang sehingga akan keluar dari kolom menjadi lebih lama.

- Difusi Longitudinal yang disebabkan oleh molekul yang terlalu lama berada di dalam kolom sehingga semakin besar pula molekul tersebut untuk berdifusi dan hal ini yang menyebabkan melebarnya peak kromatogram.
- Transfer massa disebabkan oleh fasa gerak yang terlalu cepat sehingga ada sebagian molekul yang masih terikat pada fasa diam.

Studi teoritis terhadap pelebaran puncak kromatogram (band broadening) oleh Van Deemter menghasilkan persamaan Van Deemter (Hendayana, 2006) :

$$H = A + B/u + Cu$$

Persamaan Van Deemter memperlihatkan bahwa harga H (efisiensi kolom) dipengaruhi oleh difusi Eddy yang dinyatakan dengan tetapan A, difusi Longitudinal yang dinyatakan oleh koefisien B, dan transfer massa dinyatakan oleh koefisien C.

## 2.8 Fasa Gerak

Fasa gerak merupakan larutan yang dialirkan melalui sistem kromatografi untuk memisahkan komponen-komponen yang terdapat di dalam sampel (Anonim, 2008). 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).

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 pelarut (Field dan McBryde, 1981).

Pembentukan kompleks digunakan untuk meningkatkan selektifitas dan mengurangi waktu retensi. Senyawa yang dapat membentuk kompleks mempunyai perbedaan stabilitas dengan menambahkan analit pada fasa gerak. Selektifitas pemisahan dapat ditingkatkan dengan mengubah konsentrasi larutan pengomplek. Pengomplekan 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 Zolotov, 1988).

## **2.9 Waktu Retensi ( $t_R$ )**

Waktu Retensi ( $t_R$ ) adalah waktu maksimum yang diperlukan suatu komponen untuk bergerak disepanjang kolom. Harga  $t_R$  dipengaruhi oleh kondisi jenis kolomnya ( panjang kolom dan diameter kolom ), fasa diam, fasa gerak, kecepatan alir, dan suhu (Sudjadi, 1998).

Waktu retensi diukur melalui kromatogram dari menit ke-0 hingga muncul puncak peak. Peak pertama ( $t_0$ ) yang muncul pada kromatogram disebabkan oleh komponen yang tidak berinteraksi dengan fasa diam, seperti pelarut.  $T_0$  tidak dianggap sebagai komponen campuran yang sedang dipisahkan ( Hendayana, 2006).

## **2.10 Penentuan Nikel secara Spektrofotometri**

Penentuan Nikel dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Nikel yang telah dirubah menjadi zat pengoksidasi dapat membentuk warna merah dengan penambahan dimetilglioksim ( $C_4H_8N_2O_2$ ). Kompleks yang terbentuk ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm (Vogel, 1994).



## 2.12 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan teoritis di atas, dapat disusun hipotesis bahwa variasi konsentrasi fasa gerak dan penambahan metanol pada fasa gerak HCl berpengaruh terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) sebagai kompleks kloridanya.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan 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**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : fasa diam zeolit alam ukuran 60 – 80 mesh, Kobal klorida heksahidrat ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), Nikel klorida heksahidrat ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), Asam Klorida ( $\text{HCl}$ ) 37 %, Natrium Hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), Asam oksalat ( $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), Indikator fenolftalein (pp), Metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) 99,99 %, Glasswool, Asam sitrat, Ammonium hidroksida ( $\text{NH}_3\text{OH}$ ), Iodium ( $\text{I}_2$ ), Dimetilglioksim (DMG), Garam nitroso-R, Asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ), Akuades.

#### **3.2.2 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : kolom dengan diameter 1,2 cm dan panjang fasa diam 11 cm, penyangga kolom dari besi, corong pisah, neraca analitik merk Mettler AE 50, ayakan ukuran 60 dan 80 mesh, penangas air, Spektrofotometer photomech 301-A, serta peralatan gelas laboratorium.

### **3.3 Tahapan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, meliputi :

1. Preparasi zeolit
2. Aktifasi zeolit
3. Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK) Zeolit
4. Pembuatan Larutan Sampel
5. Penentuan pengaruh fasa gerak terhadap pola pemisahan Ni(II) dan Co(II)
6. Penentuan Sampel  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{Co}^{2+}$

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Zeolit

Preparasi Zeolit dilakukan dengan cara sebagai berikut, bongkahan zeolit yang didapat dari Turen, Malang dihaluskan dengan menggunakan mortar. Zeolit yang telah halus dihomogenkan ukurannya menggunakan ayakan ukuran 60 dan 80 mesh. Selanjutnya serbuk zeolit dicuci dengan akuades dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C sampai beratnya konstan.

#### 3.4.2 Aktivasi Zeolit

Ditimbang zeolit ukuran 60-80 mesh 5 g dimasukkan dalam Erlenmeyer 250 mL. Selanjutnya ditambah dengan HCl 0,5 M sebanyak 100 mL dan dikocok dengan shaker 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 (Riani, 1999).

#### 3.4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Kation (KTK) Zeolit

Preparasi kolom dilakukan sebelum dilakukan penentuan KTK zeolit yaitu dengan bagian dasar kolom diberi *glasswool* secukupnya yang berfungsi sebagai penahan zeolit. Kolom diisi dengan akuades. Zeolit yang telah diaktivasi ditimbang 2 g lalu dimasukkan sedikit demi sedikit dalam kolom. Zeolit yang dimasukkan dalam kolom harus bebas dari gelembung air. Pencegahan terbentuknya gelembung yaitu saat zeolit dimasukkan dalam kolom, bagian kran kolom sedikit diputar. Setelah zeolit dimasukkan dalam kolom maka bagian atas zeolit diberi *glasswool*. Kolom yang berisi fasa diam zeolit direndam dengan akuades.

Penentuan KTK zeolit dengan 40 mL larutan Ni<sup>2+</sup> 1000 ppm dimasukkan ke dalam kolom dan dilakukan elusi menggunakan akuades hingga eluat menjadi netral. Selanjutnya eluat dititrasi dengan NaOH 0,096 M yang sudah distandarisasi dengan asam oksalat sebagai titran dengan indikator fenolftalein (pp). Kapasitas tukar kation H<sup>+</sup> zeolit dihitung sebagai meq OH<sup>-</sup> dalam setiap gram zeolit, menggunakan rumus (Vogel, 1994) :

$$KTK \text{ zeolit} = \frac{V \times M}{W} \times fp$$

Dimana :  $V$  = volume larutan NaOH (mL)

$M$  = Molaritas NaOH

$W$  = berat zeolit (gram)

$fp$  = faktor pengenceran

Pengeluisan  $Ni^{2+}$  yang terikat pada zeolit dilakukan dengan menggunakan HCl 0,5 M sampai eluat yang keluar asam. Eluat ditampung untuk ditentukan kandungan  $Ni^{2+}$  secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kapasitas tukar kation  $Ni^{2+}$ . Selanjutnya hasil dari kedua kapasitas tersebut dibandingkan.

### **3.4.4 Pembuatan Larutan Sampel**

#### **3.4.4.1 Larutan Sampel $Ni^{2+}$**

Larutan  $Ni^{2+}$  dengan konsentrasi 1000 ppm dipipet 5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Larutan  $Ni^{2+}$  kemudian ditambahkan HCl 9 M sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan sampel  $Ni^{2+}$  dengan konsentrasi 100 ppm.

#### **3.4.4.2 Larutan Sampel $Co^{2+}$**

Larutan  $Co^{2+}$  dengan konsentrasi 1000 ppm dipipet 5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Larutan  $Co^{2+}$  kemudian ditambahkan HCl 9 M sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan sampel  $Co^{2+}$  dengan konsentrasi 100 ppm.

### **3.4.5 Penentuan Pengaruh Fasa Gerak Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II)**

Kolom diisi dengan *glasswool* secukupnya yang berfungsi sebagai penahan zeolit. Kolom diisi dengan akuades. Zeolit yang telah diaktivasi ditimbang 10 g. Selanjutnya zeolit dimasukkan ke dalam kolom sedikit demi sedikit. Untuk mencegah terbentuknya gelembung air pada zeolit maka saat zeolit dimasukkan dalam kolom bagian kran kolom sedikit diputar. Setelah zeolit dimasukkan dalam kolom maka bagian atas zeolit diberi *glasswool*. Zeolit dalam kolom dibasahi dengan fasa gerak yang akan digunakan, selanjutnya pada kolom dimasukkan 1 mL larutan sampel  $Ni^{2+}$  atau  $Co^{2+}$  dengan konsentrasi 100 ppm. Sampel yang telah terikat pada zeolit dielusi dengan fasa gerak HCl 0,1 M dengan kecepatan alir 1 mL/menit. Eluat ditampung tiap fraksi dengan volume 10 mL, kemudian

ditentukan kadar  $\text{Ni}^{2+}$  atau  $\text{Co}^{2+}$  dalam sampel secara spektrofotometri sinar tampak. Penentuan pengaruh fasa gerak akuades, HCl 0,5M, HCl 0,1M-metanol (6:4) dan (4:6), dan HCl 0,5M-metanol (6:4) dan (4:6) dapat dilakukan dengan cara yang sama.

### 3.4.6 Penentuan Sampel $\text{Ni}^{2+}$ dan $\text{Co}^{2+}$

Kandungan  $\text{Ni}^{2+}$  dalam eluat ditentukan dengan menggunakan reagen dimetilglioksim (DMG) pada  $\lambda$  maks 530 nm, sedangkan kandungan  $\text{Co}^{2+}$  ditentukan dengan menggunakan reagen garam nitroso-R pada  $\lambda$  maks 500 nm. Hasil pengukuran serapan dihitung konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{Co}^{2+}$ . Selanjutnya dibuat kromatogram hubungan konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{Co}^{2+}$  terhadap waktu (menit) pada masing-masing komposisi fasa gerak.



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Preparasi Zeolit**

Preparasi zeolit bertujuan untuk memperoleh ukuran zeolit yang homogen, dengan ukuran 60-80 mesh. Penghomogenan zeolit bertujuan untuk memperkecil pengaruh difusi Eddy yang terjadi didalam kolom. Faktor difusi Eddy disebabkan perbedaan waktu tempuh yang dilalui oleh molekul sehingga berpengaruh terhadap pelebaran dasar puncak kromatogram. Pelebaran dasar puncak kromatogram menyebabkan hasil pemisahan menjadi kurang optimum.

Aktivasi bertujuan untuk menggantikan kation-kation tertukar (alkali atau alkali tanah) dalam struktur zeolit dengan ion  $H^+$  sehingga zeolit mempunyai situs asam Bronsted. Ukuran  $H^+$  lebih kecil dari kation-kation logam sehingga secara fisik menyebabkan rongga pori lebih terbuka. Atom H pada situs asam Bronsted mudah dilepaskan kembali sebagai  $H^+$  melalui proses pertukaran ion, sehingga aktivasi zeolit diharapkan dapat meningkatkan kapasitas tukar kation (KTK) zeolit. Pengaktifan zeolit dalam penelitian ini mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Riani (1999), yaitu zeolit dikontakkan dalam larutan HCl 0,5 M dengan dikocok menggunakan shaker selama 60 menit dan kecepatan 200 rpm. Untuk menghindari reaksi dealuminasi pada zeolit maka untuk aktivasi digunakan larutan asam dengan konsentrasi rendah. Reaksi dealuminasi merupakan reaksi dimana aluminium keluar dari struktur kristal zeolit yang terjadi saat zeolit bereaksi dengan asam yang memiliki konsentrasi tinggi.

#### **4.2 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit**

Kapasitas tukar kation (KTK) zeolit ditentukan terlebih dahulu untuk mengetahui jumlah sampel yang dimasukkan kedalam kolom. Kapasitas tukar kation merupakan ukuran kuantitas kemampuan zeolit sebagai penukar kation dengan satuan miliekuivalen per 100 g zeolit.

Pada penelitian ini KTK zeolit ditentukan sebagai KTK  $H^+$  dan KTK  $Ni^{2+}$ . Kapasitas tukar kation zeolit terhadap  $H^+$  dilakukan

dengan penambahan larutan  $\text{Ni}^{2+}$  yang ada dalam sampel yang bertujuan untuk menukar  $\text{H}^+$  yang ada dalam zeolit, dengan reaksi :



Mekanisme proses pertukaran ion  $\text{Ni}^{2+}$  dengan ion  $\text{H}^+$  pada zeolit ditandai dengan keluarnya ion  $\text{H}^+$  bersama eluat. Hal ini ditandai dengan perubahan pH eluat menjadi lebih asam. Penentuan KTK zeolit terhadap  $\text{H}^+$  melalui reaksi alkalimetri menggunakan larutan NaOH sebagai penitran.

Penentuan KTK zeolit terhadap  $\text{Ni}^{2+}$  ditentukan dari jumlah  $\text{Ni}^{2+}$  yang terikat pada zeolit setelah dilakukan regenerasi dengan larutan HCl 0,5 M sehingga terjadi reaksi :



Ion  $\text{Ni}^{2+}$  yang keluar dari hasil regenerasi ditampung dan ditentukan jumlahnya secara spektrofotometri sinar tampak dengan reagen dimetilglioksim (DMG) pada panjang gelombang maksimum 530 nm.

Perhitungan KTK  $\text{H}^+$  dan KTK  $\text{Ni}^{2+}$  dari reaksi diatas diperoleh hasil :

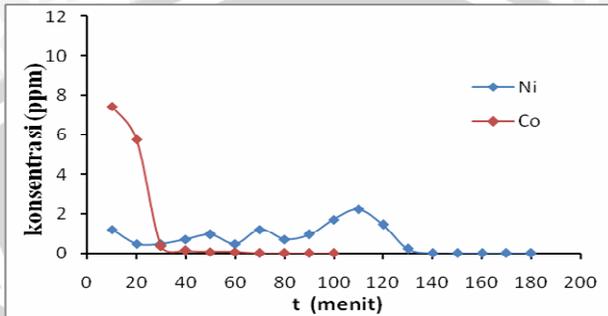
$$\begin{aligned} \text{KTK} (\text{H}^+) &= 24,84 \text{ mek}/100 \text{ g zeolit} \\ \text{KTK} (\text{Ni}^{2+}) &= 56,86 \text{ mek}/100 \text{ g zeolit} \end{aligned}$$

Nilai KTK  $\text{H}^+$  lebih kecil dibandingkan KTK  $\text{Ni}^{2+}$  karena sebagian  $\text{H}^+$  yang terikat pada zeolit akan berkelakuan seperti  $\text{Al}^{3+}$  yang cenderung diikat kuat oleh zeolit sehingga hanya sebagian ion  $\text{H}^+$  yang dapat tertukar (Tan, 1991). Selain itu kemungkinan terjadi proses adsorpsi  $\text{Ni}^{2+}$  oleh zeolit, sehingga  $\text{Ni}^{2+}$  selain mengalami pertukaran dengan  $\text{H}^+$  sebagian akan teradsorpsi oleh zeolit. Hal ini menyebabkan jumlah  $\text{Ni}^{2+}$  lebih banyak dari jumlah  $\text{H}^+$  yang dipertukarkan.

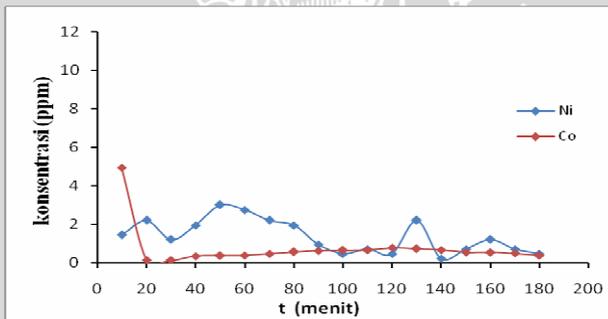
### 4.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Eluen Terhadap Pola Pemisahan Ni (II) dan Co(II)

Eluen yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades dan HCl. Tujuan digunakan HCl diharapkan  $\text{H}^+$  yang ada dalam eluen dapat mengalami pertukaran dengan kation atau kompleks klorida bermuatan positif yang terikat pada zeolit. Pada penelitian ini digunakan fasa gerak HCl 0,1 M dan HCl 0,5 M karena zeolit dapat

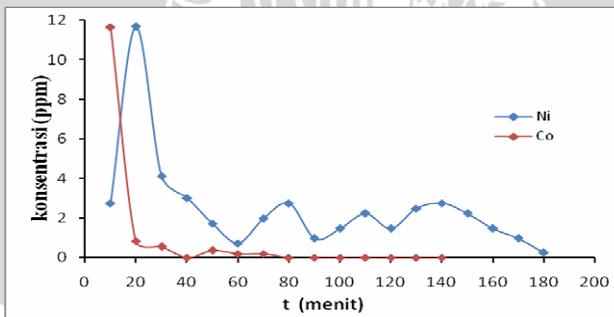
mengalami dealuminasi pada konsentrasi HCl 1 M. Variasi konsentrasi eluen yang dipelajari menghasilkan kromatogram seperti pada Gambar 4.1 – 4.3 :



**Gambar 4.1** Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen akuades



**Gambar 4.3** Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M

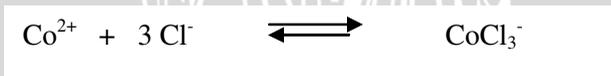


**Gambar 4.2** Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M

Spesies kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  keluar bersama eluen pada awal pengelusan. Hal ini dikarenakan spesies kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  yang bermuatan negatif tidak dapat mengalami pertukaran dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit. Kromatogram Ni(II) terdiri dari empat puncak. Empat puncak tersebut kemungkinan merupakan spesies kompleks Ni yang mungkin terbentuk sebagai  $\text{NiCl}_4^{2-}$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{NiCl}^+$  dan  $\text{Ni}^{2+}$ .

Puncak pertama dari kromatogram Ni(II) kemungkinan adalah  $\text{NiCl}_4^{2-}$ , karena kompleks tersebut bermuatan negatif sehingga tidak dapat mengalami pertukaran dengan sisi aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit. Puncak kedua adalah kompleks Ni(II) sebagai  $\text{NiCl}_2$  yang tidak bermuatan sehingga lebih mudah terelusi dibandingkan kompleks yang bermuatan positif. Puncak ketiga dan keempat kemungkinan adalah  $\text{NiCl}^+$  dan  $\text{Ni}^{2+}$ , kedua spesies ini bermuatan positif sehingga dapat dipertukarkan dengan ion  $\text{H}^+$  pada zeolit. Spesies kompleks  $\text{Ni}^{2+}$  mempunyai muatan yang lebih besar dan ukuran yang lebih kecil, sehingga spesies  $\text{Ni}^{2+}$  akan tertahan lebih lama di dalam zeolit dibandingkan  $\text{NiCl}^+$ . Hal ini karena kation dengan muatan besar diikat lebih kuat daripada yang muatannya lebih kecil. Selain muatan, ukuran ion juga sangat berpengaruh terhadap daya tukar ion, Ion dengan ukuran lebih kecil dari ruangan/pori akan sedikit diserap dan sebagian akan lolos, yang ukurannya tepat sama akan cenderung ditahan sedangkan yang ukurannya lebih besar dari ruangan/pori cenderung untuk lolos (Harsini, 2001).

Dibandingkan dengan akuades penggunaan eluen HCl 0,1 M menyebabkan perbedaan kromatogram Co(II). Jika dibandingkan dengan eluen akuades, jumlah  $\text{CoCl}_3^-$  pada awal pengelusan dengan eluen HCl 0,1 M menjadi lebih kecil. Konsentrasi  $\text{CoCl}_3^-$  yang lebih kecil disebabkan ketidakstabilan kompleks  $\text{CoCl}_3^-$ . Ketidakstabilan dipengaruhi adanya disosiasi  $\text{CoCl}_3^-$  membentuk  $\text{Co}^{2+}$ , yaitu dengan reaksi :



Terbentuknya  $\text{Co}^{2+}$  disebabkan karena reaksi kesetimbangan terjadi kearah kiri. Spesies  $\text{Co}^{2+}$  bermuatan positif sehingga dapat tertahan dalam fasa diam dan keluar dengan  $t_R$  120 menit. Pada penggunaan eluen HCl 0,5 M, spesies kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  banyak ditemui pada awal pengelusan. Hal ini disebabkan karena keberadaan HCl dengan konsentrasi 0,5 M mampu menstabilkan

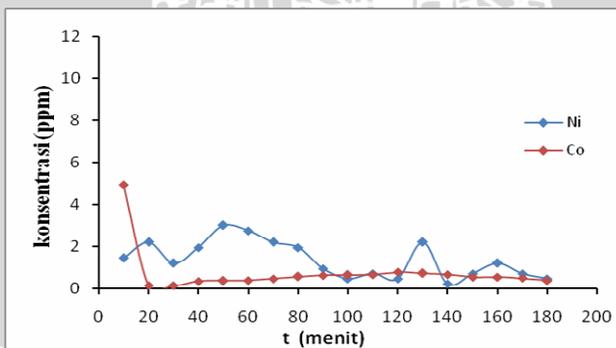
kompleks  $\text{CoCl}_3^-$  sehingga tidak dapat mengalami pertukaran dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit.

Variasi eluen juga menyebabkan perbedaan kromatogram Ni(II). Penggunaan akuades sebagai eluen menghasilkan jumlah  $\text{Ni}^{2+}$  lebih banyak. Hal ini dikarenakan keberadaan HCl mampu menstabilkan kompleks Ni sebagai bentuk kompleks kloridanya yaitu  $\text{NiCl}_4^{2-}$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{NiCl}^+$ . Jika konsentrasi HCl menjadi 0,5 M, spesies kompleks Ni sebagai bentuk kompleks klorida jumlahnya semakin bertambah. Akibatnya  $\text{Ni}^{2+}$  jumlahnya semakin berkurang.

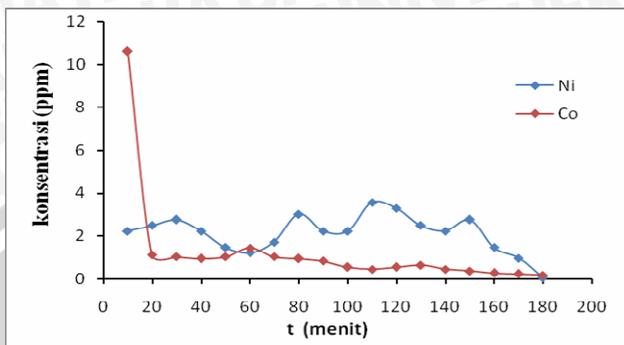
Variasi eluen juga menyebabkan terjadinya pergeseran  $t_R$  dari masing-masing kompleks Ni(II) yang terbentuk. Penggunaan HCl selain sebagai eluen, juga berfungsi sebagai ligan yang mampu menstabilkan kompleks Ni(II) sebagai bentuk kloridanya. Kompleks yang terbentuk semakin stabil maka akan lebih tertahan di dalam kolom sehingga mempunyai  $t_R$  yang lebih lama.

#### 4.4 Pengaruh Penambahan Metanol Pada Eluen HCl Terhadap Pola Pemisahan Ni (II) dan Co (II)

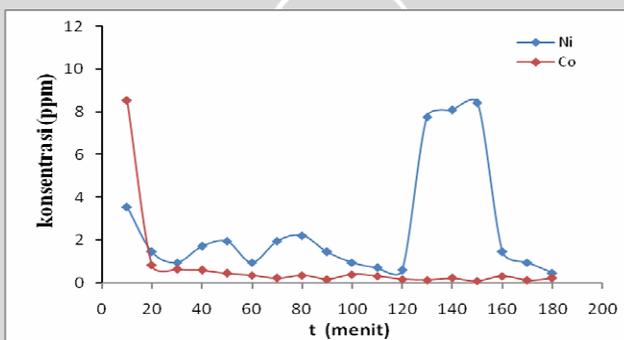
Penelitian ini digunakan variasi eluen campuran HCl-metanol dengan perbandingan 6:4 dan 4:6. Hal tersebut didasarkan pada penelitian Rosanti (2003). Penggunaan metanol dimaksudkan untuk merubah tingkat kepolaran dari eluen menjadi kurang polar, sehingga diharapkan pemisahan Ni(II) dan Co(II) menjadi lebih efektif. Penambahan metanol pada eluen yang dipelajari menghasilkan kromatogram seperti pada Gambar 4.4 - 4.6 :



Gambar 4.4 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M



**Gambar 4.5 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M : Metanol = (6 : 4)**



**Gambar 4.6 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,1 M : Metanol = (4 : 6)**

Pengaruh penambahan metanol pada HCl 0,1 M sebagai eluen tidak mempengaruhi profil kromatogram dari Co(II) seperti pada gambar 4.4 - 4.6. Hal ini menunjukkan perubahan kepolaran tidak akan mempengaruhi spesies  $\text{CoCl}_3^-$  yang bermuatan negatif sehingga tidak mengalami pertukaran dengan gugus aktif  $\text{H}^+$  pada zeolit dan akan keluar pada awal pengelusian.

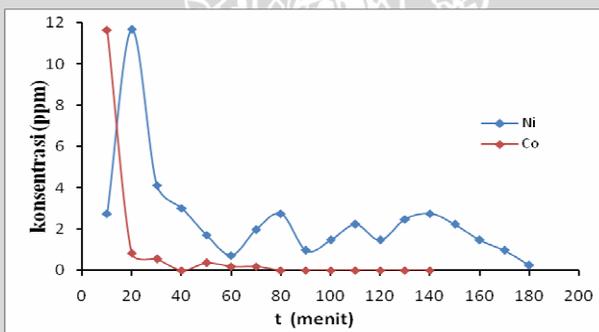
Hal ini berbeda dengan kromatogram dari Ni(II). Penggunaan metanol menyebabkan eluen menjadi kurang polar sehingga ada kemungkinan pada awal pengelusian kompleks yang akan keluar dari kolom pada awal pengelusian adalah kompleks  $\text{NiCl}_2$ . Spesies kompleks  $\text{NiCl}_2$  yang tidak bermuatan lebih mudah terelusi dengan eluen yang cenderung kurang polar. Puncak

selanjutnya kemungkinan adalah  $\text{NiCl}_4^{2-}$  yang bermuatan negatif. Puncak ketiga dan keempat adalah  $\text{NiCl}^+$  dan  $\text{Ni}^{2+}$ .

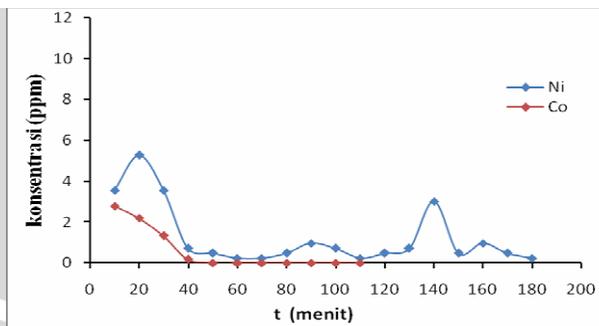
Perbandingan HCl dengan metanol (4:6) dan (6:4) menunjukkan eluen menjadi semakin tidak polar. Gambar 4.6 menunjukkan luas puncak  $\text{Ni}^{2+}$  yang besar, hal ini dikarenakan kepolaran eluen yang rendah menyebabkan  $\text{Ni}^{2+}$  yang terbentuk semakin meningkat. Penambahan metanol mempengaruhi disosiasi HCl membentuk ion-ionnya menjadi semakin sulit.

Terganggunya disosiasi HCl mengakibatkan pembentukan kompleks Ni(II) dengan kloridanya semakin sedikit, sehingga spesies kompleks Ni(II) yang paling banyak terbentuk adalah  $\text{Ni}^{2+}$ .

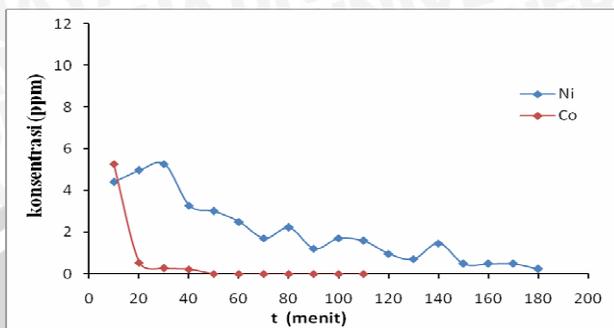
Pengaruh penambahan metanol pada eluen HCl 0,5 M dicantumkan pada Gambar 4.7 - 4.9 :



**Gambar 4.7 Kromatogram Ni (II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M**

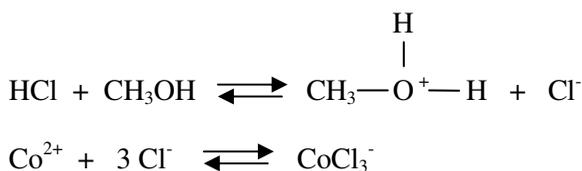


**Gambar 4.8 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M : Metanol = (6 : 4)**



**Gambar 4.9 Kromatogram Ni(II) dan Co(II) menggunakan eluen HCl 0,5 M : Metanol = (4 : 6)**

Penambahan metanol pada HCl 0,5 M menyebabkan eluen menjadi kurang polar, hal ini dikarenakan disosiasi HCl menjadi  $H^+$  dan  $Cl^-$  sedikit terganggu karena penambahan metanol, akibatnya distribusi  $Cl^-$  untuk membentuk kompleks  $CoCl_3^-$  juga berkurang. Hal ini mengakibatkan spesies kompleks  $CoCl_3^-$  yang keluar pada awal pengelusan menjadi kecil, dengan reaksi :



Kromatogram Ni(II) juga dipengaruhi oleh kepolaran eluen HCl 0,5 M , dimana spesies kompleks Ni dengan klorida yang terbentuk semakin berkurang. Pembentukan spesies kompleks Ni(II) dengan klorida semakin kecil disebabkan perbedaan kepolaran antara fasa diam dan fasa gerak. Perbedaan kepolaran menyebabkan spesies kompleks Ni yang terbentuk semakin sulit untuk terelusi keluar kolom. Eluen yang bersifat kurang polar memiliki kemampuan melarutkan komponen yang terikat pada zeolit menurun. Kecenderungan ini sesuai dengan kaidah like dissolves like (Dean, 1970), dimana setiap senyawa kimia akan lebih suka berinteraksi dengan senyawa lain yang memiliki sifat dan karakteristik yang mirip.

Berdasar dari berbagai komposisi fasa gerak yang dipelajari, pola pemisahan yang paling baik untuk pemisahan Ni(II) dan Co(II)

adalah penggunaan eluen HCL 0,1 M : metanol dengan perbandingan 4 : 6. Hasil penggunaan eluen tersebut didapatkan Co(II) pada  $t_R$  10 menit sedangkan Ni(II) diperoleh pada  $t_R$  140 menit, dimana hampir tidak terjadi tumpang tindih.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa :

- Peningkatan konsentrasi fasa gerak HCl menyebabkan jumlah Ni(II) dan Co(II) yang terelusi keluar kolom semakin meningkat.
- Penambahan metanol pada HCl menyebabkan jumlah Ni(II) dan Co(II) yang terelusi keluar kolom semakin menurun.
- Pola pemisahan Ni(II) dan Co(II) yang paling baik pada penggunaan fasa gerak HCl 0,1 M-metanol dengan perbandingan (4 : 6).

#### **5.2 Saran**

Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai alternatif penggunaan eluen pengompleks yang lain sehingga sesuai untuk memisahkan Ni(II) dan Co(II) dengan kondisi zeolit sehingga diperoleh pemisahan yang lebih baik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Andayani, U. 2007. Peningkatan Kapasitas Tukar Kation Zeolit Alam Turen dengan Aktifasi Menggunakan Asam Basa dan Modifikasi Secara Pilarisasi Menggunakan Polikation. Laporan Penelitian Universitas Brawijaya. Malang.
- Anonim. 2008. Nickel (II) Chloride. [http://id.wikipedia.org/wiki/Nickel\(II\) Chloride](http://id.wikipedia.org/wiki/Nickel(II)_Chloride). Diakses tanggal 19 april 2008.
- Anonim. 2008. DaftarIstilah/Glosary. <http://209.85.175.104/search?q=cache:rGOLLuzfNzUJ:media.diknas.go.id/media/document/3140.pdf+fungsi+fasa+gerak&hl=id&ct=clnk&cd=5&gl=id>. Diakses tanggal 12 Juni 2008.
- Anwar, R.P., Y. Nugraha dan Kurnia. 1985. Prospek Penukaran Zeolit Bayah sebagai Penukar Kation. Laporan teknik Pengembangan. No 62. PPTM. Bandung.
- Barrer, R. M. 1982. Hidrotermal Chemistry of Zeolit. Academi Press. London.
- Budavari, S. 1989. The Merk Index an Encyclopedia of Chemical Drugs and Biologicals. Merc and Co. New York.
- Cotton, F.A. and G. Wilkinson. 1989. Basic Inorganic Chemistry. 5<sup>th</sup>. Ed. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Dean, J.A. 1970. Chemical Separation Methods. Van Nostrand Reinhold. London.
- Dorfner, K. 1991. Ion Exchanger. Ann Arbor Science Publisher Inc. USA.
- Edward, L. 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 P.E. Jacson. 1994. Ion Chromatography : Principles and Application. Elsevier science Publishers, B.V. Amsterdam.
- Harsini, M. 2001. Zeolit-H untuk Menghilangkan Kation Pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada Analisis Fosfat dengan Metode Biru Molibdat Secara Spektrofotometri. Jurnal Penelitian Medika Eksata Volume 2 No 3.
- Hawley, G.G. 1980. The Condensed Chemical Dictionary. 10<sup>th</sup> ed. Van Nostrand Reinhold Company. New York.
- Hendayana, S. 2006. Kimia Pemisahan : Metode Kromatografi Dan Elektroforesis Modern. PT Remaja Rosakarya. Bandung.
- Huheey, J. E., E.A. Keiter and R.L. Keiter. 1983. Inorganic Chemistry. 4<sup>th</sup> ed. Hapercollins College Publishers. New York.
- Janos, P. 1996. Study of Complex-forming Equilibria between Divalent Metal Cation and some Inorganic Anions using Ion Chromatography. J of Chromatography. Vol 657.435-439.
- Khopkar, S.M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Alih Bahasa Saptorahardjo. Universitas Iondonesia Press. Jakarta.
- Othmer, DF. and Kirk. 1982. Encyclopedia of Chemical Technology. Vol. 15. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Poerwadi, B., K. Budi dan Pariadi. 1995. Prospek Pemanfaatan Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben Limbah Cair dan Media Fluidisasi dalam Kolom Fluidisasi. Jurnal Penelitian Ilmu-Ilmu Teknik Vol. 10 No. 1. ISSN 0852 -1751. Universitas Brawijaya. Malang. hal. 31.

- Prayitno, K.B. 1989. Zeolit sebagai Industri Komoditi Mineral di Indonesia. Majalah BPPT No 35. Bandung.
- Riani, B. 1999. Pengaruh HCl pada Aktivasi Zeolit Alam Turen Terhadap KTK Ca dan Mg. Skripsi. FMIPA. Jurusan Kimia. 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.
- Shpigun, O and Yu. A. Zolotov. 1988. Ion Chromatography In Water Analysis. John Wiley & Sons. New York.
- Smart, L. and Elaine M. 1992. Solid State Chemistry an Introduction. Chapman and Hall. London.
- Sudjadi, 1998. Metode Pemisahan. Kanisius. Yogyakarta.
- Sulistiyanto, T. 2003. Pemisahan Kobal (II) dan Nikel (II) secara Kromatografi Penukar Kation Menggunakan Asam Sitrat Sebagai Fasa Gerak. Skripsi. FMIPA. Jurusan Kimia. Universitas Brawijaya. Malang.
- Suyartono, 1992. Tinjauan terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit. dalam buletin PPTM. vol. 13. No. 4. Bandung.
- Tan, K.H. 1991. Dasar-dasar Kimia Tanah. Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Vogel, A. 1994. Buku Ajar Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Edisi 4. Alih Bahasa Drs. R Soentoro. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- Weber, W.J. 1972. Physicochemical Processes For Water Quality Control. John Wiley and Sons. Inc. New York.

## **Lampiran 1. Pembuatan Larutan**

### **1.1 Larutan Ni<sup>2+</sup> 1000 ppm**

Ditimbang 1,0122 g NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan akuades sebanyak 100 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.2 Larutan Co<sup>2+</sup> 1000 ppm**

Ditimbang 1,009 g CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan akuades sebanyak 100 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.3 Larutan HCl 9 M**

Dipipet 74,5 mL HCl pekat (12,0746 M) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang telah berisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

Larutan HCl dengan konsentrasi 0,1 dan 0,5 M dibuat dengan mengencerkan masing-masing 5,6 mL dan 27,8 mL HCl 9 M dalam labu ukur hingga volume akhir 500 mL.

### **1.4 Larutan ammonium sitrat**

Ditimbang 50 g padatan asam sitrat dan dimasukkan kedalam 67,5 mL larutan ammonium hidroksida pekat. Selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.5 Larutan amoniakal dimetilgliksim**

Dipipet 50 mL larutan ammonium hidroksida pekat, dimasukkan dalam gelas kimia 100 mL, kemudian ditambahkan 0,1 gram padatan dimetilgliksim, diaduk dengan pengaduk magnet sampai padatan dimetilgliksim larut. Selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.6 Larutan iodium**

Ditimbang dengan teliti 7,5 g KI dimasukkan dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan akuades. Selanjutnya dimasukkan 0,635 g iodium dan diaduk hingga larut. Setelah larut dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.7 Larutan natrium asetat 0,2 M**

Ditimbang 8,204 g natrium asetat dan dilarutkan dengan 100 mL akuades dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.8 Larutan asam asetat 0,2 M**

Dipipet 5,8 mL asam asetat glasial ( $\rho = 1,05 \text{ g/mL}$ ), dimasukkan dalam labu ukur 500 mL yang telah berisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

### **1.9 Larutan garam nitroso-R 0,20 %**

Ditimbang 0,50 g Nitroso-R dan dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam gelas kimia 100 mL. kemudian larutan tersebut dipindahkan dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### **1.10 Larutan NaOH 0,1 M**

Ditimbang 0,4001 g NaOH dan dilarutkan dengan 20 mL akuades dalam gelas kimia 100 mL, kemudian larutan tersebut dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

## Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan

### 2.1 Larutan Ni<sup>2+</sup> 1000 ppm

Untuk membuat larutan Ni<sup>2+</sup> 1000 ppm sebanyak 250 mL, maka ditimbang NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak :

$$\begin{aligned}\text{Berat Ni}^{2+} \text{ yang terdapat dalam larutan} &= 1000 \text{ ppm} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 250 \text{ mg Ni}^{2+} \\ &= 0,25 \text{ g Ni}^{2+}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ni}} \times \text{berat Ni}^{2+} \\ &= \frac{237,70804 \text{ g/mol}}{58,71 \text{ g/mol}} \times 0,25 \text{ g} \\ &= 1,0122 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.2 Larutan Co<sup>2+</sup> 1000 ppm

Untuk membuat larutan Co<sup>2+</sup> 1000 ppm sebanyak 250 mL, maka ditimbang CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak :

$$\begin{aligned}\text{Berat Co}^{2+} \text{ yang terdapat dalam larutan} &= 1000 \text{ ppm} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 250 \text{ mg Co}^{2+} \\ &= 0,25 \text{ g Co}^{2+}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Co}} \times \text{berat Co}^{2+} \\ &= \frac{237,93124 \text{ g/mol}}{58,93 \text{ g/mol}} \times 0,25 \text{ g} \\ &= 1,009 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.3 Pembuatan Kurva Baku Ni<sup>2+</sup>

Diketahui larutan Ni<sup>2+</sup> 100 ppm. Untuk membuat larutan dengan berbagai konsentrasi yaitu 1 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 dan 7 ppm dilakukan dengan cara pengenceran pada labu ukur 50 mL dengan rumus sebagai berikut :

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Dimana : C<sub>1</sub> = konsentrasi larutan stok Ni<sup>2+</sup> 100 ppm

C<sub>2</sub> = konsentrasi larutan Ni<sup>2+</sup> hasil pengenceran

V<sub>1</sub> = Volume larutan stok Ni<sup>2+</sup> yang dipipet

V<sub>2</sub> = Volume total hasil pengenceran 50 mL

Maka :

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Jadi dibutuhkan 0,5 mL larutan stok  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm untuk membuat larutan  $\text{Ni}^{2+}$  1 ppm.

Dilakukan dengan cara yang sama untuk perhitungan larutan standar  $\text{Ni}^{2+}$  untuk konsentrasi selanjutnya yaitu 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 ppm sehingga didapatkan volume larutan  $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm yang dipipet masing-masing :

Konsentrasi larutan $\text{Ni}^{2+}$ (ppm)	Volume Larutan $\text{Ni}^{2+}$ 100 ppm yang dibutuhkan (mL)
2	1
3	1,5
4	2
5	2,5
6	3
7	3,5

## 2.4 Pembuatan Kurva Baku $\text{Co}^{2+}$

Diketahui larutan  $\text{Co}^{2+}$  50 ppm. Untuk membuat larutan dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 ; 2,5 dan 3 ppm dilakukan dengan cara pengenceran pada labu ukur 50 mL dengan rumus sebagai berikut :

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Dimana :  $C_1$  = konsentrasi larutan stok  $\text{Co}^{2+}$  50 ppm

$C_2$  = konsentrasi larutan  $\text{Co}^{2+}$  hasil pengenceran

$V_1$  = Volume larutan stok  $\text{Co}^{2+}$  yang dipipet

$V_2$  = Volume total hasil pengenceran 50 mL

Maka :

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 0,5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Jadi dibutuhkan 0,5 mL larutan  $\text{Co}^{2+}$  50 ppm untuk membuat larutan  $\text{Co}^{2+}$  0,5 ppm.

Dilakukan dengan cara yang sama untuk perhitungan larutan standar  $\text{Co}^{2+}$  untuk konsentrasi selanjutnya yaitu 1 ; 1,5 ; 2 ; 2,5 dan 3 ppm sehingga didapatkan volume larutan  $\text{Co}^{2+}$  50 ppm yang dipipet masing-masing :

Konsentrasi larutan $\text{Co}^{2+}$ (ppm)	Volume Larutan $\text{Co}^{2+}$ 50 ppm yang dibutuhkan (mL)
1	1
1,5	1,5
2	2
2,5	2,5
3	3

## 2.5 Pembuatan Larutan Pengelusi (Fasa Gerak)

Diketahui kadar HCl 37% dengan massa jenis 1,190 g/mL. Maka untuk mengetahui konsentrasi HCl pekat tersebut digunakan rumus sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Molaritas HCl pekat} &= \frac{10 \times \text{kadar HCl} \times \text{BJ HCl}}{\text{Mr HCl}} \\ &= \frac{10 \times 37 \% \times 1,190 \text{ g/L}}{36,4609 \text{ g/mol}} \\ &= 12,0759 \text{ mol/L} = 12 \text{ M} \end{aligned}$$

untuk membuat larutan HCl berbagai konsentrasi yaitu 0,1 M ; 0,5 M maka dilakukan pengenceran

Pengenceran HCl 12 M pada labu takar 500 mL

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Dimana :  $C_1$  = konsentrasi HCl 12 M

$C_2$  = konsentrasi HCl hasil pengenceran

$V_1$  = Volume HCl 12 M yang dipipet

$V_2$  = Volume total hasil pengenceran 500 mL

$$\begin{aligned} \text{Maka : } C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ 12 \text{ M} \times V_1 &= 0,1 \text{ M} \times 500 \text{ mL} \\ V_1 &= 50 \text{ mL}/12 \\ V_1 &= 4,1667 \text{ mL} = 4,2 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi untuk membuat HCl 0,1 M dalam 500 mL dibutuhkan HCl pekat sebanyak 4,2 mL. Dilakukan cara yang sama untuk membuat larutan HCl 0,5 M yaitu dengan memipet HCl pekat sebanyak 20,8 mL.

## 2.6 Larutan natrium asetat 0,20 M

Untuk membuat larutan natrium asetat 0,20 M sebanyak 500 mL, maka :

$$\begin{aligned} \text{Massa CH}_3\text{COONa} &= \frac{(M \times \text{BM}) \text{CH}_3\text{COONa}}{V \text{CH}_3\text{COONa}} \\ &= \frac{(0,20 \text{ mol/L}) \times (82,04 \text{ g/mol})}{0,5 \text{ L}} \\ &= 8,204 \text{ g} \end{aligned}$$

Jadi massa natrium asetat yang harus ditimbang adalah 8,204 g.

## 2.7 Larutan asam asetat 0,20 M

Untuk membuat larutan asam asetat 0,20 M sebanyak 500 mL, maka :

$$\begin{aligned} \text{Mol CH}_3\text{COOH} &= (M \times V) \text{CH}_3\text{COOH} \\ &= (0,20 \text{ mol/L}) \times (0,5 \text{ L}) \\ &= 0,1 \text{ mol} \\ \text{Massa CH}_3\text{COOH} &= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{CH}_3\text{COOH} \\ &= (0,1 \text{ mol}) \times (60,05 \text{ g/mol}) \\ &= 6,005 \text{ g} \\ \text{Volume CH}_3\text{COOH} &= \frac{\text{massa CH}_3\text{COOH}}{\text{Bj CH}_3\text{COOH}} = \frac{6,005 \text{ g}}{1,05 \text{ g/mL}} \\ &= 5,75 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk CH<sub>3</sub>COOH glacial 100 % maka volume yang dipipet adalah :

$$\text{Volume CH}_3\text{COOH} = \frac{100 \times 5,75 \text{ mL}}{100} = 5,81 \text{ mL}$$

## 2.8 Larutan garam nitroso-R 0,2 %

Untuk membuat larutan garam nitroso-R 0,2 % sebanyak 250 mL, maka :

$$\text{Massa garam nitroso-R} = \frac{0,2 \text{ g} \times 0,25 \text{ L}}{0,1 \text{ L}} = 0,5 \text{ g}$$

Jadi garam nitroso-R yang harus ditimbang adalah 0,5 g.

## 2.9 Larutan NaOH 0,1 M

$$\text{Molaritas NaOH} = \frac{\text{mol NaOH}}{\text{Volume NaOH}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{mol NaOH}}{0,1 \text{ L}}$$

$$= 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{Berat NaOH}}{\text{Mr NaOH}}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 40,01 \text{ mol/g} \\ &= 0,4001 \text{ g} \end{aligned}$$

Jadi diperlukan 0,4001 g NaOH untuk membuat larutan NaOH 0,1 M sebanyak 100 mL (0,1 L).

### Lampiran 3. Skema Kerja

#### 3.1 Pembuatan larutan Stok $\text{Ni}^{2+}$

1,0122 gram  
 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang dengan teliti
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL
- dilarutkan dengan 100 mL akuades
- dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL
- diencerkan hingga tanda batas

Larutan stok  $\text{Ni}^{2+}$   
1000 ppm

#### 3.2 Pembuatan Larutan Stok $\text{Co}^{2+}$

1,009 gram  
 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang dengan teliti
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL
- dilarutkan dengan 100 mL akuades
- dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL
- diencerkan hingga tanda batas

Larutan stok  $\text{Co}^{2+}$   
1000 ppm

### 3.3 Pembuatan Kurva baku $\text{Ni}^{2+}$

Larutan  
 $\text{Ni}^{2+}$  100 ppm

- dipipet masing-masing 0,0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3 dan 3,5 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL
- ditambah 1 mL larutan ammonium sitrat
- ditambah 0,5 mL larutan iodium
- ditambah 2 mL larutan amoniakal dimetilglioksim
- diencerkan hingga tanda batas
- diukur serapannya menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada  $\lambda$  maks  $\text{Ni}^{2+}$  530 nm
- dibuat kurva konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  (sumbu x) dengan serapannya (sumbu y)

Kurva baku  $\text{Ni}^{2+}$

### 3.4 Pembuatan Kurva baku $\text{Co}^{2+}$

Larutan  
 $\text{Co}^{2+}$  50 ppm

- dipipet masing-masing turut 0,0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 mL
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah 2 mL larutan garam nitroso-R 0,2 % (b/v)
- diatur pH dengan buffer asetat pada pH 5,5
- dipanaskan  $\pm$  10 menit
- didinginkan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL
- diencerkan hingga tanda batas
- diukur serapannya menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada  $\lambda$  maks  $\text{Co}^{2+}$  500 nm
- dibuat kurva konsentrasi  $\text{Co}^{2+}$  (sumbu x) dengan serapannya (sumbu y)

Kurva baku  $\text{Co}^{2+}$

### 3.5 Preparasi Zeolit

Zeolit

- ditumbuk menggunakan mortar
- 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  $105^{\circ}\text{C}$

Zeolit  
60-80 mesh

### 3.6 Aktivasi Zeolit

Zeolit  
60-80 mesh

- ditimbang 5,00 g
- dimasukkan dalam Erlenmeyer 250 mL
- ditambah 100 ml HCl 0,5M
- dikocok dengan shaker selama 60 menit dengan kecepatan 200 rpm
- disaring
- dicuci hingga netral
- dikeringkan pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$

Zeolit akti

### 3.7 Penentuan Sampel Ni<sup>2+</sup>

Sampel

- dipipet 5 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL
- ditambah 1 mL larutan ammonium sitrat
- ditambah 0,5 mL larutan iodium
- ditambah 2 mL larutan amoniakal dimetilglioksim
- diencerkan hingga tanda batas
- diukur serapannya menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada  $\lambda$  maks Ni<sup>2+</sup> 530 nm
- dihitung konsentrasi Ni<sup>2+</sup>

Kadar Ni<sup>2+</sup>  
dalam sampel

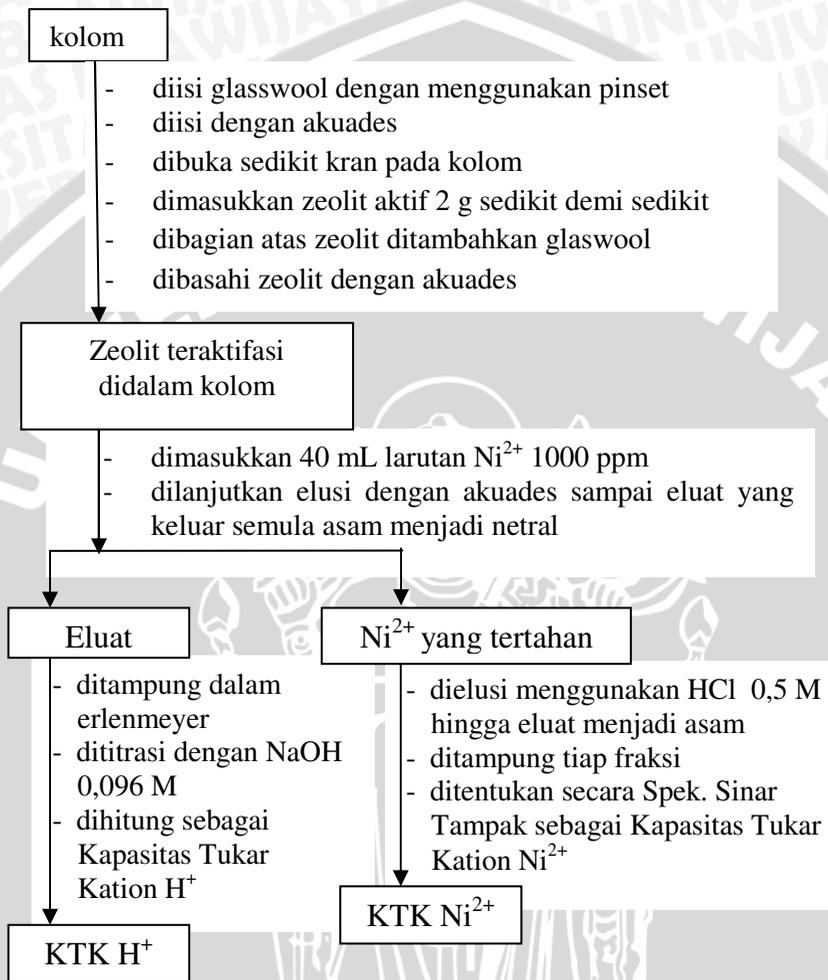
### 3.8 Penentuan Sampel Co<sup>2+</sup>

Sampel

- dipipet 2 mL
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah 2 mL larutan garam nitroso-R 0,2 % (b/v)
- diatur pH dengan buffer asetat pada pH 5,5
- dipanaskan  $\pm$  10 menit
- didinginkan kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- diencerkan hingga tanda batas
- diukur serapannya menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada  $\lambda$  maks Co<sup>2+</sup> 500 nm
- dihitung konsentrasi Co<sup>2+</sup>

Kadar Co<sup>2+</sup>  
dalam sampel

### 3.9 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Zeolit



### 3.10 Pembuatan Larutan Sampel Ni<sup>2+</sup>

5 mL larutan stok  
Ni<sup>2+</sup> 1000 ppm

- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- ditambah HCl 9 M hingga tanda batas

Larutan sampel Ni<sup>2+</sup>  
50 mL 100 ppm

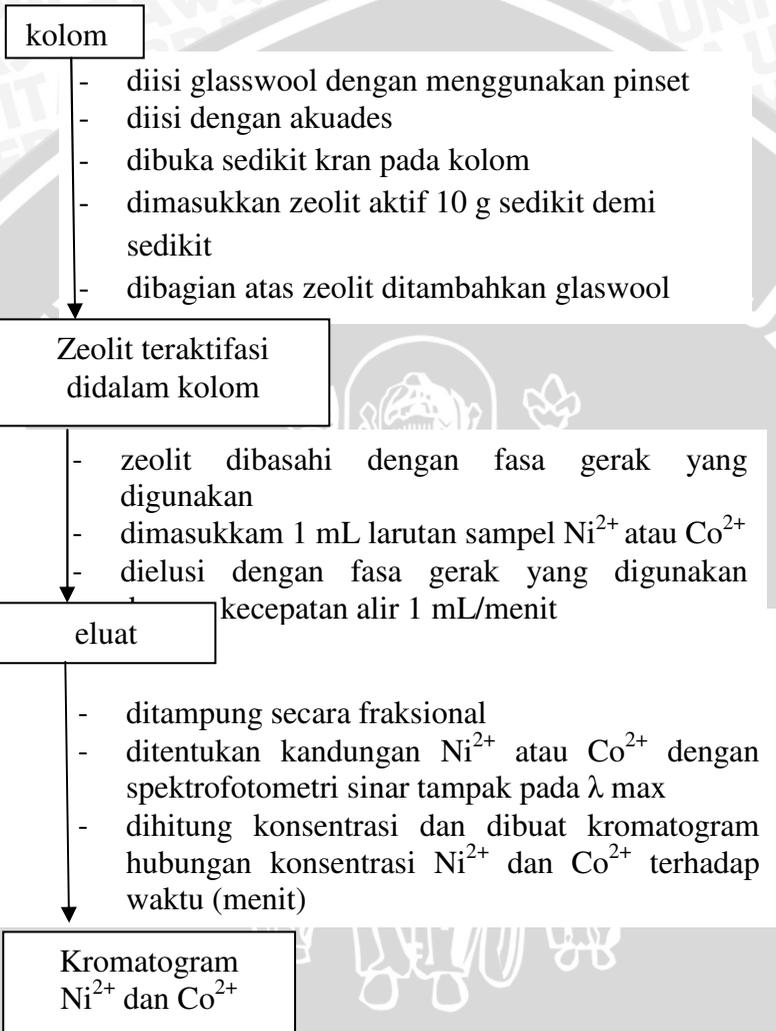
### 3.11 Pembuatan Larutan Sampel Co<sup>2+</sup>

5 mL larutan stok  
Co<sup>2+</sup> 1000 ppm

- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- ditambah HCl 9 M hingga tanda batas

Larutan sampel Co<sup>2+</sup>  
50 mL 100 ppm

### 3.12 Penentuan Pengaruh Fasa Gerak Terhadap Pola Pemisahan Ni(II) dan Co(II)



## Lampiran 4. Pembuatan Kurva Baku

### 4.1 Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien kurva baku Ni<sup>2+</sup>

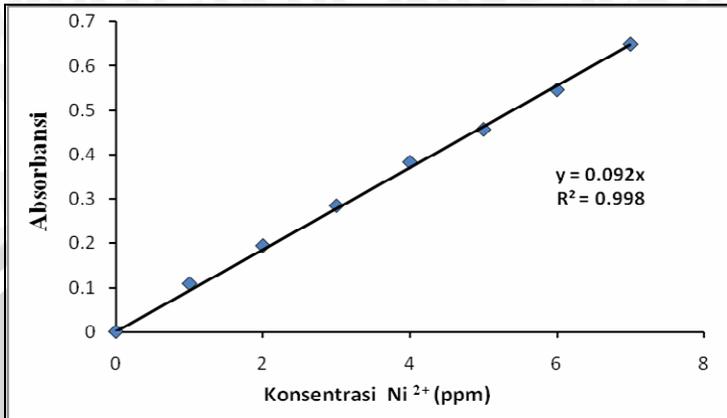
Tabel L.4.1 Data perhitungan regresi dan korelasi kurva baku Ni<sup>2+</sup>

Ni <sup>2+</sup> (ppm) X	ulangan		Rata- rata	Xi <sup>2</sup>	Yi <sup>2</sup>	XiYi
	1	2				
0	0,0000	0,0000	0,0000	0	0	0
1	0,1135	0,1024	0,1079	1	0,0116	0.1079
2	0,1938	0,1938	0,1938	4	0,0376	0.3876
3	0,2839	0,2839	0,2839	9	0,0806	0.8517
4	0,3872	0,3768	0,3820	16	0,1459	1,5280
5	0,4559	0,4559	0,4559	25	0,2078	2,2795
6	0,5376	0,5528	0,5452	36	0,2972	3,2712
7	0,6575	0,6383	0,6479	49	0,4198	4,5353
			Σ	140	1,2005	12,9612

Berdasarkan data dalam tabel di atas didapatkan persamaan regresi ( $y = ax$ ) dengan perhitungan sebagai berikut :

$$a = \frac{\sum XiYi}{\sum Xi^2} = \frac{12,9612}{140} = 0,092$$

$$r = \frac{\sum XiYi}{\sqrt{\sum Xi^2 \sum Yi^2}} = \frac{12,9612}{\sqrt{140 * 1,2005}} = 0,998$$



Gambar L.4.1 Kurva baku Ni<sup>2+</sup>

#### 4.2 Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien kurva baku Co<sup>2+</sup>

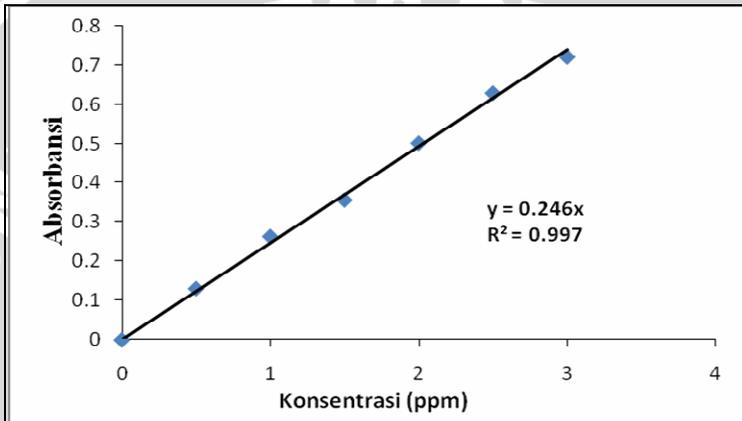
Tabel L.4.2 Data perhitungan regresi dan korelasi kurva baku Co<sup>2+</sup>

Co <sup>2+</sup> (ppm) X	Ulangan		Rata-rata	Xi <sup>2</sup>	Yi <sup>2</sup>	XY
	1	2				
0	0	0	0	0	0	0,0000
0,5	0,1308	0,1308	0,1308	0,25	0,0171	0,0654
1	0,2596	0,2676	0,2636	1	0,0695	0,2636
1,5	0,3565	0,3565	0,3565	2,25	0,1271	0,5348
2	0,4949	0,5086	0,5018	4	0,2518	1,0036
2,5	0,6198	0,6383	0,6291	6,25	0,3958	1,5728
3	0,7212	0,7212	0,7212	9	0,5201	2,1636
			Σ	22,75	1,3814	5,6037

Berdasarkan data dalam tabel di atas didapatkan persamaan regresi (y = ax) dengan perhitungan sebgia berikut :

$$a = \frac{\sum XiYi}{\sum Xi^2} = \frac{5,6037}{22,75} = 0,246$$

$$r = \frac{\sum XiYi}{\sqrt{\sum Xi^2 \sum Yi^2}} = \frac{5,6037}{\sqrt{22,75 * 1,3814}} = 0,997$$



**Gambar L.4.2 Kurva baku  $Co^{2+}$**

**Lampiran 5. Data Konsentrasi Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> Hasil Elusi**  
**5.1 Data Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dalam eluat dengan variasi**  
**konsentrasi eluen**

**Tabel L.5.1 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen akuades**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	1.2120	7.4492
20	0.4783	5.7703
30	0.4783	0.3598
40	0.7174	0.1341
50	0.9620	0.0874
60	0.4728	0.0874
70	1.2120	0.0000
80	0.7174	0.0000
90	0.9620	0.0000
100	1.7120	0.0000
110	2.2228	
120	1.4620	
130	0.2337	
140	0.0000	
150	0.0000	
160	0.0000	
170	0.0000	
180	0.0000	
Σ	12.8424	13.8882

**Tabel L.5.2 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen HCl 0,1 M**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	1.4619	4.9615
20	2.2228	0.1663
30	1.2119	0.1471
40	1.9674	0.3504
50	3.0163	0.38462
60	2.7500	0.3939
70	2.2228	0.4846
80	1.9674	0.5801
90	0.9619	0.6296
100	0.4783	0.6553
110	0.7174	0.6809
120	0.4783	0.7878
130	2.2228	0.733
140	0.2337	0.6809
150	0.7174	0.5557
160	1.2119	0.5557
170	0.7174	0.5077
180	0.4783	0.3939
Σ	25.0379	13.6490

**Tabel L.5.3 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen HCl 0,5 M**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	2.7500	11.6412
20	11.6685	0.8315
30	4.1153	0.5465
40	3.0163	0.0008
50	1.7129	0.3603
60	0.7174	0.1790
70	1.9674	0.1790
80	2.7500	0.0008
90	0.9619	0.0000
100	1.4619	0.0000
110	2.2228	0.0000
120	1.4619	0.0000
130	2.4868	0.0000
140	2.7500	0.0000
150	2.2228	
160	1.4619	
170	0.9619	
180	0.2337	
Σ	44.9234	13.7391

## 5.2 Data Kadar $\text{Ni}^{2+}$ dan $\text{Co}^{2+}$ pada variasi konsentrasi eluen HCl dengan penambahan metanol

Tabel L.5.4 Kadar  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{Co}^{2+}$  dengan eluen (HCl 0,1 M : Metanol = 6:4)

Sampel (mL)	Konst $\text{Ni}^{2+}$	Konst $\text{Co}^{2+}$
10	2.2228	10.6280
20	2.4891	1.1280
30	2.7500	1.0285
40	2.2228	0.9309
50	1.4620	1.0285
60	1.2120	1.4350
70	1.7120	1.0285
80	3.0217	0.9309
90	2.2228	0.8313
100	2.2228	0.5467
110	3.5598	0.4533
120	3.2880	0.5467
130	2.4891	0.6402
140	2.2228	0.4533
150	2.7500	0.3598
160	1.4620	0.2683
170	0.9620	0.2215
180	0.0435	0.1789
$\Sigma$	38.3152	22.6382

**Tabel L.5.5 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen  
(HCl 0,1 M : Metanol = 4:6)**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	3.5598	8.5407
20	1.4620	0.8313
30	0.9620	0.6402
40	1.7120	0.5935
50	1.9674	0.4533
60	0.9620	0.3598
70	1.9674	0.2238
80	2.2228	0.3598
90	1.4620	0.1789
100	0.9620	0.4045
110	0.7174	0.3150
120	0.5924	0.1789
130	7.7554	0.1341
140	8.0815	0.2215
150	8.4185	0.0894
160	1.4620	0.3150
170	0.9620	0.1341
180	0.4783	0.2215
Σ	45.7065	14.1953

**Tabel L.5.6 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen  
(HCl 0,5 M : Metanol = 6:4)**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	3.5598	2.7785
20	5.2663	2.1931
30	3.5598	1.3313
40	0.7174	0.1789
50	0.4783	0.0000
60	0.4783	0.0000
70	0.2391	0.0000
80	0.4783	0.0000
90	0.9620	0.0000
100	0.7174	0.0000
110	0.2391	0.0000
120	0.4783	
130	0.7174	
140	3.0163	
150	0.4783	
160	0.9620	
170	0.4783	
180	0.2391	
Σ	23.0652	6.4817

**Tabel L.5.7 Kadar Ni<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup> dengan eluen  
(HCl 0,5 M : Metanol = 4:6)**

Sampel (mL)	Konst Ni <sup>2+</sup>	Konst Co <sup>2+</sup>
10	4.3967	5.2764
20	4.9728	0.5467
30	5.2663	0.2683
40	3.2880	0.2215
50	3.0163	0.0000
60	2.4891	0.0000
70	1.7120	0.0000
80	2.2228	0.0000
90	1.2120	0.0000
100	1.7120	0.0000
110	1.5870	0.0000
120	0.9620	
130	0.7174	
140	1.4620	
150	0.4783	
160	0.7174	
170	0.4783	
180	0.2391	
Σ	36.6902	6.3130

## Lampiran 6. Penentuan Kapasitas Zeolit sebagai Penukar Kation

### 6.1 Standarisasi NaOH dengan Asam Oksalat

$$\text{Molaritas NaOH} = \frac{\text{Berat } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O \times 2}{0,126 \times \text{Volume NaOH (mL)}}$$

**Tabel L.6.1 Hasil Standarisasi NaOH dengan Asam Oksalat**

Berat $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ (gram)	Volume NaOH (mL)	Molaritas NaOH
0,106	17	0,098
0,106	17	0,098
0,106	18	0,093

$$\begin{aligned} \text{Molaritas NaOH rata-rata} &= \frac{0,289}{3} \\ &= 0,096 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\text{Kapasitas Zeolit} = \frac{(M \times V) \text{ NaOH}}{\text{Berat Zeolit (g)}} \times fp$$

**Tabel L.6.2 Hasil perhitungan penentuan KTK  $H^+$**

No	Berat zeolit (g)	Volume NaOH 0,096 M (mL)	KTK zeolit (mek $H^+$ /100 g zeolit kering)
1	2	5,15	24,72
2	2	5,2	24,96

$$\text{KTK } H^+ = \frac{49,68}{2} = 24,84 \text{ mek } H^+ \text{ per 100 g zeolit}$$

**Tabel L.6.3 Konsentrasi Ni<sup>2+</sup> yang terikat pada zeolit**

Fraksi ke-	Konsentrasi Ni <sup>2+</sup> yang terikat zeolit (ppm)	
	Pengulangan 1	Pengulangan 2
1	775,1029	819,0233
2	34,6887	35,7579
3	0,3786	4,2135
total	810,1702	858,9947

**Tabel L.6.4 Hasil perhitungan penentuan KTK Ni<sup>2+</sup>**

No	Berat zeolit (gram)	Total Konsentrasi Ni <sup>2+</sup> yang terikat zeolit (ppm)	KTK zeolit (mek Ni <sup>2+</sup> /100 gram zeolit kering)
1	2	810,1702	55,19
2	2	858,9947	58,52

$$\begin{aligned}
 \text{Mek/gram} &= \frac{40 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times [\text{Ni}^{2+}] \text{ terserap} \times 1\text{L} \\
 &= \frac{40 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 810,1702 \text{ mg/L} \times 1\text{L} \\
 &= 32,4068 \text{ mg} \\
 &= \frac{32,4068 \text{ mg}}{58,71 \text{ mg/2 mek}} \times \frac{100 \text{ g}}{2 \text{ g}} \\
 &= 55,19 \text{ mek/100 g} \\
 \text{KTK Ni}^{2+} &= \frac{113,71}{2} = 56,86 \text{ mek Ni}^{2+} \text{ per 100 g zeolit}
 \end{aligned}$$

## Lampiran 7. Contoh Perhitungan Data

### 7.1 Penentuan konsentrasi Ni<sup>2+</sup>

Hasil transmitans (T) Ni<sup>2+</sup> pada penggunaan eluen HCl 0,5 M  
= 89 %

$$\text{Absorbansi} = -\log \frac{T}{100}$$

$$\text{Absorbansi} = -\log \frac{89}{100} = -\log 0,89 = 0,0506$$

Persamaan kurva baku Ni<sup>2+</sup>  $y = 0,092x$

Dimana  $y = \text{Absorbansi}$

$x = \text{Konsentrasi Ni}^{2+}$  (dalam ppm)

$$y = 0,092x$$

$$0,0506 = 0,092x$$

$$x = \frac{0,0506}{0,092}$$

$$x = 0,5500$$

$$x = 0,5500 \text{ ppm}$$

konsentrasi Ni<sup>2+</sup> dengan faktor pengenceran (fp) 5 kali, jadi

konsentrasi Ni<sup>2+</sup> total = 0,5500 ppm x fp

$$= 0,5500 \text{ ppm} \times 5$$

$$= 2,7500 \text{ ppm}$$

### 7.2 Penentuan konsentrasi Co<sup>2+</sup>

Hasil transmitans (T) Co<sup>2+</sup> pada penggunaan eluen HCl 0,5 M  
= 59 %

$$\text{Absorbansi} = -\log \frac{T}{100}$$

$$\text{Absorbansi} = -\log \frac{59}{100} = -\log 0,59 = 0,2291$$

Persamaan kurva baku Co<sup>2+</sup>  $y = 0,246x$

Dimana  $y = \text{Absorbansi}$

$x = \text{Konsentrasi Co}^{2+}$  (dalam ppm)

$$y = 0,246x$$

$$0,2291 = 0,246x$$

$$x = \frac{0,2291}{0,246}$$

$$0,246$$

$$x = 0,9313 \text{ ppm}$$

konsentrasi  $\text{Co}^{2+}$  dengan faktor pengenceran (fp) 12,5 kali, jadi

$$\text{konsentrasi } \text{Co}^{2+} \text{ total} = 0,9313 \text{ ppm} \times \text{fp}$$

$$= 0,9313 \text{ ppm} \times 12,5$$

$$= 11,6412 \text{ ppm}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

