

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA
KALSINASI (AKTIVASI FISIK) TERHADAP KAPASITAS
ADSORPSI MINERAL PIROPILIT ARJOSARI PACITAN
MENGUNAKAN ION KLOORIDA SEBAGAI ADSORBAT**

SKRIPSI

Oleh
NOFIE IRMALIA NURITA
0410923032-92



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

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA
KALSINASI (AKTIVASI FISIK) TERHADAP KAPASITAS
ADSORPSI MINERAL PIROPILIT ARJOSARI PACITAN
MENGUNAKAN ION KLOORIDA SEBAGAI ADSORBAT**

SKRIPSI

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

Oleh

NOFIE IRMALIA NURITA

0410923032-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI (AKTIVASI FISIK) TERHADAP KAPASITAS ADSORPSI MINERAL PIROPILIT ARJOSARI PACITAN MENGUNAKAN ION KLORIDA SEBAGAI ADSORBAT

Oleh
NOFIE IRMALIA NURITA
0410923032-92

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc.
NIP. 132 090 384

Darjito, S.Si., M.Si.
NIP. 132 129 948

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 : Nofie Irmalia Nurita
NIM : 0410923032-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul : Studi Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi (Aktivasi Fisik) Terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Menggunakan Ion Klorida Sebagai Adsorbat

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir 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 tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir 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, Agustus 2008
Yang menyatakan,

(Nofie Irmalia Nurita)
NIM. 0410923032-92

STUDI PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI (AKTIVASI FISIK) TERHADAP KAPASITAS ADSORPSI MINERAL PIROPILIT ARJOSARI PACITAN MENGGUNAKAN ION KLORIDA SEBAGAI ADSORBAT

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang studi pengaruh temperatur dan lama kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan menggunakan ion klorida sebagai adsorbat. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur dan lama kalsinasi terhadap kapasitas adsorpsi optimum pada mineral piropilit Arjosari Pacitan. Adanya ion klorida di dalam filtrat ditentukan secara spektrofotometri dengan metode merkuri(II)tiosianat, digunakan untuk menghitung nilai kapasitas adsorpsi piropilit. Piropilit dikarakterisasi menggunakan spektrofotometri inframerah dan *surface area analyzer* (SAA). Piropilit berukuran (0,13-0,11)mm dikalsinasi dengan variasi temperatur kalsinasi (400, 500, 600, 700, 800)°C selama 5 jam. Piropilit pada temperatur optimum, dikalsinasi dengan variasi lama kalsinasi (3, 4, 5, 6, 7)jam. Nilai kapasitas adsorpsi optimum piropilit adalah 122,9 mg/g dari hasil kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Nilai kapasitas adsorpsi hasil kalsinasi mengalami kenaikan sebesar 2,76% dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi yaitu 119,6 mg/g. Piropilit berprospek sebagai adsorben Cl^- dengan persentase adsorpsi sebesar 81,93%. Hasil analisis dengan spektrofotometri inframerah digunakan untuk melihat adanya proses dehidroksilasi selama kalsinasi, hal ini terlihat dari melemahnya spektra OH ($3415,70 \text{ cm}^{-1}$) dan adanya keberadaan spektra CO_2 ($2322,13 \text{ cm}^{-1}$). Hasil karakterisasi dengan menggunakan metode BET diperoleh luas permukaan spesifik $3,58 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori $9,86 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$, dan jari-jari pori rata-rata $55,07 \text{ \AA}$. Berdasarkan uji statistik menunjukkan bahwa setiap pengaruh temperatur dan lama kalsinasi memberikan nilai kapasitas adsorpsi yang berbeda dengan tingkat kesalahan 5%.

Kata kunci: *piropilit, kalsinasi, kapasitas adsorpsi*

THE STUDY OF TEMPERATURE AND CALCINATION DURATION (PHYSICAL ACTIVATION) EFFECTS TOWARD ADSORPTION CAPACITY OF ARJOSARI'S PYROPHYLLITE OF PACITANS USING CHLORIDE LIKE AS ADSORBENT

ABSTRACT

The study of temperature and calcination duration (physical activation) effects toward adsorption capacity of Arjosari's pyrophyllite of Pacitan using chloride like as adsorbent, had been investigated. The aim of this research was to gain the optimum adsorption capacity of Arjosari's pyrophyllite under various temperature and calcination duration. The chloride, in filtrate, was determined by spectrophotometry with mercury(II)tiocynate methods, then it was used to count the pyrophyllite's adsorption capacity. The pyrophyllite was also characterised using infrared spectrophotometry and surface area analyzer (SAA). Pyrophyllite's sizes of (0.13-0.11)mm was calcinated under (400, 500, 600, 700, 800)°C for 5 hours. The pyrophyllite that resulted optimum temperature, then was calcinated at calcination duration of (3, 4, 5, 6, 7)hours. Calcination of 500°C for 5 hours gave the optimum adsorption capacity of pyrophyllite, it was 122.9 mg/g. There was an 2.76% increase compared to the adsorption capacity of unactivated pyrophyllite is 119.6 mg/g. Pyrophyllite was still prospective to be chloride adsorbent, due to its high adsorption percentage it was 81.93%. Infrared spectrophotometry analysis was conducted to prove that there was a dehydroxylation process during calcination. It was showed by weakening of OH spectra (3415.70 cm^{-1}) and CO_2 spectra (2322.13 cm^{-1}). Characterization using BET (Brunauer, Emmet, and Teller) methods, spesific surface area, total pore volume, and pore radius of calcination pyrophyllite with the value of $3.58\text{ m}^2/\text{g}$, $9.86 \times 10^{-3}\text{ cm}^3/\text{g}$, and $55.07\text{ \AA}$, respectively. Statistical analysis showed that each temperature and duration calcination were different significantly at 5% error.

Key word: *pyrophyllite, calcination, adsorption capacity*

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 Nabi Muhammad SAW beserta seluruh umatnya.

Skripsi yang berjudul ***“Studi Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi (Aktivasi Fisik) terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Menggunakan Ion Klorida Sebagai Adsorbat”*** 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. Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc. dan Darjito 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. Adam Wiryawan, MS. 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. Arie Srihardyastuti., S.Si, M.Kes, M. Farid Rahman, S.Si, M.Si, Ir. Adam Wiryawan, MS., dan Ir. Bambang Poerwadi, MS. selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini.
5. Ibu Endang Nawangsih di Batan Yogyakarta atas bantuannya.
6. Bapak (Alm.), Ibu, kakak dan adik tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama ini.
7. Sahabat Plunck-e dan Lecy, terima kasih sudah saling berbagi dan terus berjuang.
8. Teman-temanku Kimia 2004, terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini.
9. Semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi 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, Juli 2008

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
 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 Mineral Piropilit	4
2.2 Mineral Piropilit Arjosari Pacitan	5
2.3 Adsorben	6
2.4 Aktivasi Mineral Piropilit	8
2.5 Adsorpsi	9
2.6 Kapasitas Adsorpsi	10
2.7 Ion Klorida	11
2.8 Penentuan Cl^- dengan Metode Merkuri(II)tiosianat secara Spektrofotometri Sinar Tampak	11
2.9 Spektrofotometri Inframerah	13
2.10 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, dan Ukuran Pori Menggunakan Metode BET	14
2.10.1 Perhitungan Luas Permukaan Adsorben	14
2.10.2 Penentuan Volume Pori Total	16
2.10.3 Penentuan Jari-jari Pori Rata-Rata	16
2.11 Hipotesis	16

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	17
3.2.1 Bahan Penelitian	17
3.2.2 Bahan Kimia	17
3.2.3 Alat Penelitian	17
3.3 Tahapan Penelitian	16
3.4 Cara Kerja Penelitian	
3.4.1 Preparasi Piropilit	18
3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum....	19
3.4.3 Pembuatan Kurva Baku Cl^-	19
3.4.4 Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit Hasil Preparasi Terhadap Cl^-	19
3.4.5 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^-	19
3.4.6 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^-	19
3.4.7 Penentuan Cl^- dalam Filtrat yang Tidak Teradsorpsi	21
3.4.8 Analisis Gugus Fungsi Piropilit dengan Spektrofotometri Inframerah	21
3.4.9 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, dan Ukuran Pori Mennggunakan Metode BET.....	22
3.5 Analisis Data	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Piropilit	26
4.2 Aktivasi Piropilit dengan Kalsinasi (Aktivasi Fisik).27	
4.3 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit	28
4.4 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit	31
4.5 Pengaruh Kalsinasi (Aktivasi Fisik) terhadap Luas Permukaan Spesifik Padatan, Volume Pori Total, dan Jari-jari Pori Rata-rata pada Mineral Piropilit Arjosari Pacitan	33

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran	38

DAFTAR PUSTAKA	39
-----------------------------	-----------

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Mineral Piropilit	4
Gambar 2.2 Mineral Piropilit Arjosari Pacitan.....	6
Gambar 2.3 Struktur Primer Zeolit.....	7
Gambar 2.4 Kurva Hubungan Antara Kosentrasi dengan Absorbansi	12
Gambar 4.1 Grafik Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit.....	28
Gambar 4.2 Grafik Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit	32
Gambar 4.3 Spektra Inframerah Piropilit Tanpa Kalsinasi	34
Gambar 4.4 Spektra Inframerah Piropilit dengan Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam	34
GambarL.4.1 Grafik Spektrum dari Senyawa $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ pada $\lambda = 400\text{--}500\text{ nm}$	54
Gambar L.5.1 Kurva Baku Cl^- pada pada $\lambda_{\text{maks}} 460\text{ nm}$	55

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Komposisi Kimiawi Piropilit Arjosari Pacitan 5
Tabel 2.2	Perbandingan Karakterisasi Zeolit Alam dan Piropilit 7
Tabel 3.5.1	Analisis Data RAL Secara Umum Dengan p Perlakuan dan n Pengulangan..... 23
Tabel 3.5.2	Analisis Sidik Ragam Satu Arah 24
Tabel 4.1	Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit 28
Tabel 4.2	Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit 31
Tabel 4.3	Data Spektra Inframerah Mineral Piropilit Arjosari Pacitan tanpa Kalsinasi dan dengan Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam 33
Tabel 4.4	Data Persentase Penurunan Spektra OH pada Mineral Piropilit Arjosari Pacitan..... 33
Tabel 4.5	Data Pengaruh Kalsinasi terhadap Kenaikan Kapasitas Adsorpsi 35
Tabel 4.6	Data Karakterisasi Piropilit tanpa Kalsinasi dan dengan Kalsinasi pada 500°C selama 5 jam 36
Tabel 4.7	Data Titik Leleh Senyawa Impuritis Piropilit..... 36
Tabel L.4.1	Data Spektrum dari Senyawa $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ pada $\lambda = 400\text{--}500$ 54
Tabel L.5.1	Hasil Pegukuran Absorbansi dari Berbagai Konsentrasi Cl^- 55
Tabel L.7.1	Data Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit terhadap Cl^- 58
Tabel L.7.2	Data Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit terhadap Cl^- 58
Tabel L.8.1.1	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi..... 59
Tabel L.8.1.2	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Kuadrat Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi..... 59

Tabel L.8.1.3	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Total Kuadrat Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi.....	60.
Tabel L.8.1.4	Analisis Sidik Ragam Satu Arah (Temperatur Kalsinasi).....	61
Tabel L.8.1.5	Uji Jarak Berganda Duncan (Temperatur Kalsinasi).....	61
Tabel L.8.2.1	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi.....	62
Tabel L.8.2.2	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Kuadrat Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi.....	62
Tabel L.8.2.3	Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Total Kuadrat Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi.....	63
Tabel L.8.2.4	Analisis Sidik Ragam Satu Arah (Lama Kalsinasi).....	64
Tabel L.8.2.5	Uji Jarak Berganda Duncan (Lama Kalsinasi).....	64
Tabel L.9.1	Data Luas Permukaan Spesifik Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam.....	65
Tabel L.9.2	Data Volume Pori Total dan Jari-jari Pori Rata-rata Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam.....	65

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Tahapan Penelitian.....	43
Lampiran 2 Prosedur Kerja	44
Lampiran 3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan	51
Lampiran 4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Cl^- yang Diukur sebagai Absorbansi $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$	54
Lampiran 5 Pembuatan Kurva Baku Cl^-	55
Lampiran 6 Penentuan Kosentrasi Cl^- yang teradsorpsi, Kapasitas Adsorpsi dan % Teradsorpsi oleh Mineral Piropilit.....	56
Lampiran 7 Data Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi	58
Lampiran 8 Uji Statistik Penentuan Kapasitas Adsorpsi.....	59
Lampiran 9 Tabel Hasil Analisis Metode BET	65



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sebaran mineral piropilit di daerah Jawa Timur cukup luas. Salah satunya adalah mineral piropilit di Kabupaten Pacitan yang diperkirakan jumlah cadangannya jutaan ton dengan luas sebaran yang siap dieksplorasi sekitar 37 Ha (Denny, 2007).

Piropilit, $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ merupakan mineral dengan struktur dioktahedral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yaitu mineral Gibbsite $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral yaitu lapisan silikatnya. Piropilit dengan pemanasan pada suhu sampai 800°C hanya kehilangan komponen airnya tanpa mengalami perubahan kisi-kisinya (Bearat, dkk., 2002). Berdasarkan susunan kimiawi piropilit tersebut, maka piropilit dapat dimanfaatkan sebagai adsorben anion. Salah satunya adalah piropilit dapat digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi ion sianida (CN^-), dimana diperoleh hasil berat adsorben 0,2 gram dapat mengadsorpsi 99,9% sianida dengan konsentrasi 1 ppm dan 2 ppm (Saxena, dkk., 2001).

Dipilihnya ion klorida sebagai adsorbat karena ion klorida merupakan salah satu kandungan zat anorganik dalam air limbah industri. Air limbah bersifat aman apabila parameter fisika maupun kimia memenuhi syarat yang telah ditetapkan. Parameter kimia yang diuji untuk menetapkan mutu air limbah diantaranya adalah pengaturan pH yang berkisar pada pH 6-9 dan kandungan zat-zat anorganik yang terdapat pada limbah harus berada di bawah ambang batas. Konsentrasi klorida dalam air limbah industri lebih tinggi daripada konsentrasi klorida dalam air bahan baku proses industri tersebut, yang keduanya sama-sama berbahaya. Hal ini disebabkan klorida dalam bentuk ionnya akan berikatan dengan natrium membentuk garam-garam yang dapat menyebabkan karat pada pipa-pipa instalasi. Kadar klorida yang ditetapkan sebesar 25-100 ppm pada pH 6-9 (Fardiaz, 1992). Kandungan ion klorida dalam perairan, menurut WHO ditoleransi sampai ambang batas 200 ppm dan dapat menyebabkan korosi diatas konsentrasi 300 ppm (ISO 9224).

Salah satu upaya untuk meningkatkan daya guna dan kualitas mineral piropilit secara efisien sebagai adsorben dapat dilakukan dengan menggunakan metode aktivasi. Aktivasi piropilit dapat

dilakukan secara kimia dan fisik. Aktivasi piropilit dengan cara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam atau basa. Proses aktivasi secara kimia, biasanya dilakukan dengan menggunakan asam mineral misalnya HCl (asam klorida). Hal ini dimaksudkan untuk mengaktifkan permukaan atau situs-situs aktif dari mineral piropilit dan melarutkan logam-logam yang mengisi ruang-ruang di dalam struktur piropilit, sehingga dapat memperbesar pori-pori mineral piropilit (Keren dkk., 1994). Untuk mekanisme aktivasi secara fisik dapat dilakukan dengan menggunakan proses kalsinasi yaitu proses pemanasan suatu padatan pada temperatur di bawah titik lelehnya yang menyebabkan terjadinya perubahan keadaan akibat dekomposisi termal atau terjadi perubahan fasa transisi (Sax dan Lewis, 1987). Metode kalsinasi dimaksudkan agar dapat meningkatkan luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori dengan cara menghilangkan impuritis seperti K_2O yang terdapat di dalam mineral piropilit dan dapat menghilangkan air kristal yang masih terperangkap dalam pori-pori piropilit atau terjadinya proses dehidroksilasi (Dofner, 1991).

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dipelajari tentang seberapa besar kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan dengan adanya pengaruh temperatur dan lama kalsinasi melalui aktivasi fisik dengan menggunakan ion klorida sebagai adsorbat.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimanakah pengaruh temperatur dan lama kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan menggunakan ion klorida sebagai adsorbat?
2. Bagaimanakah pengaruh temperatur dan lama kalsinasi terhadap karakteristik mineral piropilit Arjosari Pacitan yang meliputi luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata?

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Ion klorida yang digunakan berasal dari sampel buatan, yaitu NaCl murni.
2. Ukuran partikel yang digunakan adalah (120-150)mesh atau (0,13-0,11)mm, dengan variasi temperatur kalsinasi adalah 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C, sedangkan lama kalsinasi adalah 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam.
3. Karakter yang dipelajari meliputi: luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata dengan menggunakan metode BET, serta adanya proses dehidroksilasi dengan menggunakan spektrofotometer inframerah. Dimana karakterisasi dilakukan pada piropilit kondisi optimum.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari pengaruh temperatur dan lama kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan menggunakan ion klorida sebagai adsorbat.
2. Mempelajari pengaruh temperatur dan lama kalsinasi terhadap karakteristik mineral piropilit Arjosari Pacitan yang meliputi luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian yang akan dilakukan ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh temperatur dan lama kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan menggunakan ion klorida sebagai adsorbat dan pengaruhnya terhadap luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

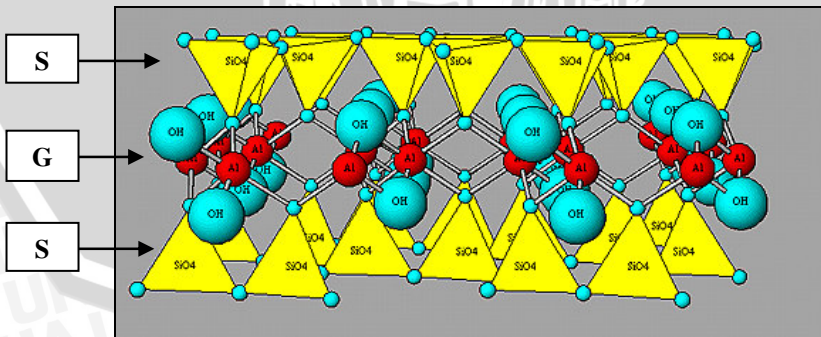
2.1 Mineral Piropilit

Piropilit mempunyai rumus kimia $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ (*Aluminium Silicate Hydroxide*), termasuk dalam klas silikat, subklas *phyllosilicates* dengan struktur berbentuk lembaran seperti *sandwich*. Lapisan silikatnya, yang bergeometri tetrahedral, tidak langsung terhubung antara lapisan silikat atas dan lapisan silikat dibawahnya, tetapi diantara dua lapisan silikat terdapat mineral Gibbsite $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ yang berstruktur oktahedral. Gibbsite (G) pada piropilit, 4 atom OH digantikan dengan 4 atom O dari lapisan silikat (S), sehingga secara umum struktur piropilit adalah S-G-S (Saintz-Diaz, dkk., 2000).

Menurut (Fyre, 1991) piropilit merupakan jenis mineral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral yang biasa disebut dengan tipe lapisan 2:1. Mineral dengan struktur dioktahedral ini mempunyai komposisi sebagai berikut:

Tetrahedral	Si_2O_3
Oktahedral	$\text{Al}_2\text{O}_4(\text{OH})_2$
Tetrahedral	Si_2O_3
Total	$\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Struktur piropilit dengan susunan S-G-S secara 3 dimensi dapat dilihat seperti pada Gambar 2.1 (Anonim, 1998):



Gambar 2.1 Struktur Mineral Piropilit

Piropilit terdapat pada batuan metamorf dan seringkali bergabung dengan mineral kianit (Al_2SiO_5). Piropilit merupakan mineral yang isomorf dengan mineral *talc* yaitu mempunyai sifat-sifat fisika yang sama dengan *talc* diantaranya berwarna putih keabu-abuan, massa jenis $2,65\text{--}2,85 \text{ g/cm}^3$, belahan sempurna, sifat cerat putih dan derajat kekerasan antara 1-1,5 sehingga dapat dikatakan piropilit adalah mineral yang cukup halus jika digores menggunakan kuku. Mempunyai titik leleh dengan kenaikan suhu antara 1315°C sampai 2093°C (Grant, 1972).

2.2 Mineral Piropilit Arjosari Pacitan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Bintara, dkk., (2007), mineral piropilit alam Arjosari Pacitan mengandung mineral kuarsa (SiO_2), rutil (TiO_2), hematit (Fe_2O_3), gotit ($\text{FeO}(\text{OH})$), kianit (Al_2SiO_5) dan gipsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) serta mempunyai sistem kristal triklinik Hasil analisis susunan kimiawi mineral piropilit alam Arjosari secara gravimetri dan spektrofotometri serapan atom dapat dilihat pada Tabel 2.1:

Tabel 2.1 Komposisi Kimiawi Piropilit Arjosari Pacitan

No	Komposisi	Kadar	
			%
1.	SiO_2	$90,84 \pm 1,08 \%$	$90,84 \pm 1,08$
2.	Al_2O_3	$5,32 \pm 0,23 \%$	$5,32 \pm 0,23$
3.	MgO	$0,87 \pm 0,22 \text{ ppm}$	$(0,0001) \pm (2,2 \times 10^{-6})$
4.	CaO	$4,76 \pm 1,65 \text{ ppm}$	$(0,0005) \pm (1,8 \times 10^{-4})$
5.	K_2O	$130,33 \pm 13,29 \text{ ppm}$	$(0,013) \pm (1,3 \times 10^{-3})$
6.	Na_2O	$47,76 \pm 0,01 \text{ ppm}$	$(0,0049) \pm (1,4 \times 10^{-4})$
7.	Fe_2O_3	$62,18 \pm 4,06 \text{ ppm}$	$(0,0062) \pm (4,1 \times 10^{-4})$
Total		$96,19 \%$	$96,19 \%$

Berdasarkan uji porositas yang juga dilakukan oleh Bintara dkk., (2007) dengan menggunakan metode BET diperoleh luas permukaan spesifik $9,042216 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori total $0,008746 \text{ cm}^3/\text{g}$, dan jari-jari pori rata-rata $19,3 \text{ \AA} = 1,93 \text{ nm}$ (kelompok mineral mikropori). Analisis secara spektrofotometer inframerah menunjukkan adanya serapan OH dari gipsit pada $3626,5 \text{ cm}^{-1}$, asimetri -O-Si-O- pada $1039,73 \text{ cm}^{-1}$ dan simetri dan -Al-O-Si- pada $758,09 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 2.2 Mineral Piropilit Arjosari Pacitan

2.3 Adsorben

Selain sebagai adsorben, mineral piropilit juga berpotensi sebagai produk refraktori dan penting untuk beberapa aplikasi di bidang industri terutama pada pembuatan keramik, gelas, *filler*, dan katalis (Bearat, dkk., 2002).

Adsorben adalah zat yang mempunyai sifat mengikat molekul pada permukaannya dan sifat ini menonjol pada padatan yang berpori. Beberapa syarat yang harus dipenuhi oleh adsorben antara lain mempunyai luas permukaan besar, berpori, aktif dan murni, serta tidak bereaksi dengan adsorbat (Bernasconi, 1995).

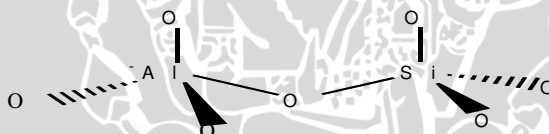
Luas permukaan adsorben adalah luas per satuan massa adsorben (m^2/g). Luas permukaan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Makin besar luas permukaan makin besar pula adsorpsi yang terjadi. Jumlah adsorpsi sebanding dengan luas permukaan spesifik, bagian luas permukaan total yang tersedia untuk adsorpsi. Semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak jumlah adsorbat yang terserap (Webber, 1972).

Jenis adsorben menyangkut sifat khas dari suatu adsorben untuk menyerap adsorbat. Adsorben polar cenderung menyerap adsorbat polar. Sedangkan sifat adsorben yang berpengaruh adalah kemurnian adsorben dan luas permukaannya. Adsorben mempunyai kecenderungan menyerap senyawa tertentu sesuai dengan sifatnya (Tan, 1998). Kemurnian dari adsorben dapat ditingkatkan melalui proses aktivasi (Webber, 1972).

Distribusi ukuran pori berperan dalam proses adsorpsi. Piropilit merupakan mineral alam yang mempunyai rongga pori sehingga dapat digunakan sebagai adsorben. Adapun klasifikasi menurut IUPAC tentang ukuran pori dari karakteristik diameter pori ($2r$) yaitu (Mikhail dan Erich, 1983):

1. makropori $\rightarrow 2r \geq 50 \text{ nm} (< 20 \text{ Å})$.
2. mesopori $\rightarrow 50 \text{ nm} \geq 2r \geq 2 \text{ nm} (> 20 \text{ Å} \text{ dan } < 50 \text{ Å})$.
3. mikropori $\rightarrow 2 \text{ nm} \geq 2r (> 500 \text{ Å})$.
4. ultramakropori $\rightarrow \leq \text{diameter molekul dari absorptivitas } (0,6 \text{ nm})$.

Secara umum terdapat 4 tipe adsorben utama yang digunakan secara komersial untuk proses adsorpsi antara lain karbon aktif, zeolit (tipe A, X, dan Y), silika gel, dan alumina aktif. Jika dibandingkan, mineral piropilit dan zeolit merupakan sama-sama mineral alam yang mempunyai struktur molekul berongga dan berpori, dimana di dalam struktur kristal keduanya terdapat atom Si dan Al yang saling berhubungan melalui atom O. Zeolit biasanya ditulis dengan rumus kimia oksida berdasarkan satuan sel kristal $M_{c/n}\{(AlO_2)_c(SiO_2)_d\}bH_2O$. Dimana n adalah valensi logam alkali, b adalah molekul air, c dan d adalah jumlah tetrahedral alumina dan silika. Rasio d/c atau SiO_2/Al_2O_3 bervariasi dari 1-5. Zeolit didefinisikan sebagai alumina silika yang mempunyai struktur kerangka 3 dimensi, terbentuk dari tetrahedral alimina $(AlO_4)^{5-}$ dan silika $(SiO_4)^{4-}$ yang saling berhubungan melalui atom O dan di dalam strukturnya Si^{4+} dapat diganti dengan Al^{3+} (Thamzil, 1999).



Gambar 2.3 Struktur Primer Zeolit

Tabel 2.2 Perbandingan Karakterisasi Zeolit Alam dan Piropilit (Yang, 2003)

No	Karakterisasi	Zeolit Alam	Piropilit	Zeolit tipe X dan Y
1.	Luas permukaan spesifik (m^2/g)	10,4849	9,042216	500-800
2.	Jari-jari pori (Å)	17,7526	19,3	>12
3.	Volume pori (cm^3/g)	9,3067	0,008746	-
4..	Ukuran pori	mikropori	mikropori	mikropori

Berdasarkan struktur dan data Tabel 2.2, maka piropilit mampu bertindak sebagai adsorben untuk proses adsorpsi karena dilihat dari struktur mineral yang berongga dan berpori sama seperti zeolit serta adanya perbandingan karakterisasi dengan metode BET.

2.4 Aktivasi Mineral Piropilit

Aktivasi piropilit dapat dilakukan secara fisik ataupun kimia. Aktivasi piropilit dengan cara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam atau basa. Proses aktivasi secara kimia, biasanya dilakukan dengan menggunakan asam mineral misalnya HCl (asam klorida). Hal ini dimaksudkan untuk mengaktifkan permukaan atau situs-situs aktif dari mineral piropilit dan melarutkan logam-logam yang mengisi ruang-ruang di dalam struktur piropilit, sehingga dapat memperbesar pori-pori mineral piropilit (Keren dkk., 1994). Untuk mekanisme aktivasi secara fisika dapat dilakukan dengan menggunakan proses kalsinasi yaitu proses pemanasan suatu padatan pada temperatur di bawah titik lelehnya yang menyebabkan terjadinya perubahan keadaan akibat dekomposisi termal atau terjadi perubahan fasa transisi (Sax dan Lewis, 1987).

Kalsinasi dapat diartikan sebagai proses disosiasi dari suatu padatan lain dari suatu padatan lain dan suatu gas dengan cara pemanasan, misalnya disosiasi padatan alumunium hidroksida menjadi padatan alumunium oksida dan uap air (Van Vlack, 1982):



Tujuan dari proses kalsinasi ini adalah menghilangkan impuritis seperti K_2O (mempunyai titik leleh 350°C) yang terdapat di dalam mineral piropilit dan dapat menghilangkan air kristal yang masih terperangkap dalam pori-pori piropilit atau terjadinya proses dehidroksilasi (lepasnya molekul air kristal yang dimulai pemanasan diatas temperatur 450°C), sehingga dapat meningkatkan luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori (Dofner, 1991).

Selain itu menurut penelitian Wang, dkk., (2003), proses kalsinasi pada mineral piropilit yang dilakukan dengan temperatur antara 200°C sampai 1250°C menunjukkan suatu fenomena baru yaitu masuknya molekul CO_2 (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dalam kisi-kisi piropilit selama proses dehidroksilasi berlangsung (lepasnya molekul air kristal yang dimulai pemanasan diatas temperatur 450°C). Naiknya temperatur kalsinasi menyebabkan intensitas CO_2 berkurang karena sebagian molekul CO_2 akan berubah menjadi molekul CO dan tidak menutup kemungkinan bisa juga terbentuk molekul karbonat (CO_3^{2-}).

2.5 Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain (Sukardjo, 1984). Pada proses adsorpsi, suatu komponen bergerak dari satu fase menuju permukaan fase lain. Proses ini dapat terjadi pada permukaan antara dua fase seperti cair-cair, gas-cair, gas-padat, atau cair-padat (Oscik dan Cooper, 1982).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi (Oscik dan Cooper, 1982):

1. Luas permukaan adsorben → adsorpsi secara umum terjadi pada semua permukaan namun besarnya ditentukan oleh luas permukaan adsorben yang kontak atau bersentuhan dengan adsorbat. Luas permukaan akan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi, merupakan suatu kejadian permukaan, sehingga besarnya kemampuan adsorpsi suatu adsorben sebanding dengan luas permukaan spesifik adsorben maka semakin besar pula kemampuan adsorpsi suatu adsorben.
2. Temperatur → reaksi yang terjadi pada adsorpsi biasanya eksotermis, oleh karena itu adsorpsi akan besar jika terjadi pada suhu rendah.
3. Sifat adsorbat → jumlah zat yang teradsorpsi tergantung pada kelarutannya dalam pelarut. Kenaikan kelarutan menunjukkan ikatan yang kuat antara zat terlarut dan pelarut dan aksi yang sebaliknya terhadap adsorpsi oleh adsorben. Makin besar kelarutannya, ikatan antara zat terlarut dengan pelarut makin kuat sehingga adsorpsi akan makin kecil karena sebelum adsorpsi terjadi diperlukan energi yang besar untuk memecah ikatan zat terlarut dengan pelarut.
4. pH larutan → pada adsorpsi fisik senyawa yang tidak terdisosiasi lebih mudah diserap daripada senyawa terionisasi. Pada umumnya kemampuan adsorpsi bertambah pada kisaran pH dimana suatu senyawa bermuatan netral.
5. Waktu kontak → waktu kontak yang cukup diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi. Jika fase cair yang berisi adsorben diam, maka difusi adsorbat melalui permukaan adsorben akan lambat. Oleh karena itu diperlukan pengocokan untuk mempercepat proses adsorpsi.
6. Konsentrasi adsorbat → efisiensi adsorpsi akan meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi adsorbat tetapi tidak berbanding langsung. Adsorpsi akan konstan jika terjadi kesetimbangan

antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi yang tersisa dalam larutan.

Didasarkan pada proses adsorpsi yang terjadi, terdapat 2 jenis adsorpsi yaitu (Parker, 1984):

1. Adsorpsi Fisik (Fisisorpsi)

Suatu proses adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan yang hanya dipengaruhi oleh gaya Van der Waals. Gaya yang menarik molekul cairan pada permukaan relatif lemah dan panas yang terlibat selama proses adsorpsi 0,5–5 kkal/mol karena adsorbat dapat dilepas kembali dengan adanya penurunan tekanan gas dan penurunan konsentrasi larutan. Adsorpsi fisik adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga dapat berpindah ke bagian permukaan adsorben yang lain. Adsorpsi fisik berlangsung cepat dan sifatnya biasanya reversible

2. Adsorpsi Kimia (Kemisorpsi)

Suatu proses adsorpsi yang melibatkan interaksi lebih kuat antara adsorbat dengan adsorben sehingga adsorbat tidak bebas bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain. Adsorpsi ini biasanya bersifat irreversibel. Panas adsorpsi kimia lebih besar daripada adsorpsi fisika, yaitu 5–100 kkal/mol. Adsorben harus dipanaskan pada suhu tinggi untuk memisahkan adsorbat

2.6 Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi dari suatu adsorben merupakan nilai dari jumlah substansi adsorbat yang diadsorpsi oleh adsorben dari larutan yang jenuh yang dinyatakan dalam mg/g. Menurut (Oscik dan Cooper, 1982), jumlah senyawa teradsorpsi hanya dapat diukur dari kelebihan senyawa tidak teradsorpsi. Dimana metode pengukuran adsorpsi yaitu metode statis. Pada metode statis, pengukuran berdasarkan perbedaan antara konsentrasi komponen larutan sebelum proses adsorpsi dan konsentrasi larutan pada saat kesetimbangan dengan adsorben:

$$q_c = \frac{V (C_0 - C_s)}{W} \quad (2.1)$$

Dengan: C_0 = konsentrasi klorida awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_s = konsentrasi klorida akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_s = X \cdot fp$ dimana fp = faktor pengenceran;

X = konsentrasi Cl^- saat pengukuran (ppm)

W = berat sampel piropilit (gram)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (liter)

qc = kapasitas adsorpsi piropilit (mg/g)

Jumlah Cl^- yang teradsorpsi dapat dihitung menggunakan rumus:

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{Co - Cs}{Co} \times 100\% \quad (2.2)$$

Dimana: Co = konsentrasi Cl^- sebelum teradsorpsi (mg/L)

Cs = konsentrasi Cl^- sesudah teradsorpsi (mg/L)

2.7 Ion Klorida

Ion klorida tidak dapat ditemukan dalam keadaan bebas di alam tetapi berikatan dengan unsur lain untuk membentuk suatu senyawa, sebagai contoh adalah natrium klorida ($NaCl$). Senyawa $NaCl$ ini mempunyai karakteristik sebagai limbah cair bersifat asam (Wahyuadi, 1996). Adapun sifat fisik dan kimia dari $NaCl$ yaitu tidak berwarna, kristal putih atau transparan, padatan kristalin, higroskopis, larut dalam gliserol, sangat larut di dalam alkohol, densitas 2,165; titik didih $801^\circ C$, terdapat di dalam air laut. Kegunaan $NaCl$ dalam aplikasinya di industri adalah bahan kimia di Laboratorium ($NaOH$, logam Na , HCl , Cl^-), regenerasi pertukaran ion, *salting out dyes*, keramik *glasses*, dan metallurgy (Sax dan Lewis, 1987).

Pada penelitian ini, digunakan anion Cl^- yang berasal dari $NaCl$ sebagai adsorbatnya. Jari-jari anion Cl^- adalah $1,81 \text{ \AA}$. Sedangkan jari-jari kation Na adalah $0,96 \text{ \AA}$ (Huheey, dkk., 1993).

2.8 Penentuan Anion Cl^- dengan Metode Merkuri(II) Tiosianat Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Spektrofotometri adalah salah satu metode analisis kimia yang membahas tentang peristiwa yang terjadi akibat adanya interaksi antara sinar dengan molekul. Sinar yang digunakan sebagai sumber sinar pada spektrofotometri adalah sinar ultraviolet ($\lambda = 200 - 400 \text{ nm}$) dan sinar tampak ($\lambda = 400 - 750 \text{ nm}$) (Ewing, 1985).

Prinsip kerja dari spektrofotometer adalah berkas cahaya dari sumber akan melewati monokromator sehingga didapatkan suatu sinar monokromatis yang sesuai dengan panjang gelombang sampel. Sinar monokromatis tersebut akan mengenai larutan yang

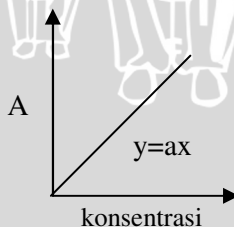
ditempatkan pada kuvet. Bagian sinar yang diserap sebanding dengan jumlah partikel yang terdapat pada senyawa yang mampu menyerap energi sinar tersebut dan sebagian lagi akan diteruskan. Intensitas sinar yang diteruskan dan diterima oleh detektor akan diubah menjadi sinyal listrik yang akan diterima oleh pencatat yang akan diubah menjadi bentuk yang dapat dibaca oleh kita (Willard, dkk., 1988).

Metode spektrofotometri untuk analisa kuantitatif suatu senyawa didasarkan pada pengukuran terjadinya serapan radiasi elektromagnetik oleh suatu molekul pada panjang gelombang spesifik. Hubungan antara panjang jalan medium yang dilewati oleh intensitas cahaya mula-mula dirumuskan oleh Bouger (1729) dan Lambert (1768). Sementara itu, hubungan antara serapan radiasi dengan konsentrasi pertama kali dirumuskan oleh Beer. Gabungan antara keduanya dikenal sebagai Hukum Lambert–Beer, yang dapat dirumuskan sebagai berikut (Ewing, 1985) :

$$A = a.b.c \quad (2.3)$$

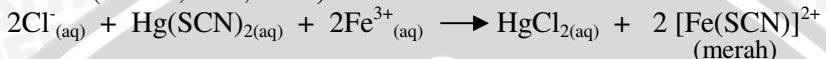
dimana: A = absorbansi
a = koefisien absorptivitas ($L\ g^{-1}\ cm^{-1}$)
b = tebal kuvet (cm)
c = konsentrasi larutan ($g\ L^{-1}$)

Dalam metode spektrofotometri, salah satu cara untuk analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan cara membuat kurva standar. Kurva standar seperti pada Gambar 2.4, diperoleh dengan cara membuat larutan standar dan menginterpolasikan pada persamaan regresi linier dengan persamaan $y = ax$ dengan y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi larutan. Adapun absorbansi yang memenuhi Hukum Lambert – Beer adalah 0,2 – 0,8 (Ewing, 1985).



Gambar 2.4 Kurva Hubungan Antara Konsentrasi dengan Absorbansi

Metode merkuri(II)tiosianat bergantung pada penggeseran ion tiosianat oleh ion klorida dari dalam merkuri(II) tiosianat. Adanya ion besi(III) akan menyebabkan terbentuknya kompleks besi(III)tiosianat yang sangat berwarna. Intensitas warnanya berbanding lurus dengan konsentrasi ion klorida yang asli. Reaksinya adalah (Basset, dkk., 1994):



Merkuri(II)tiosianat merupakan senyawa merkuri(II) yang sulit terdissosiasi, akan tetapi SCN^- dalam merkuri(II)tiosianat dapat bertukar dengan ion lain, asalkan ion yang menggantikannya lebih elektronegatif. Ion klorida lebih elektronegatif daripada S pada SCN^- dan ikatan antara $\text{Hg}-\text{Cl}$ lebih kuat daripada $\text{Hg}-\text{S}$, sehingga dapat terjadi pembentukan HgCl_2 (Greenwood dan Earnshaw, 1989).

2.9 Spektrofotometri Inframerah

Metode spektrofotometri inframerah merupakan metode yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa, dan menganalisa campuran pada daerah inframerah 2.5 dan 1.5 ($1 = 1 \text{ mikron} = 10^{-6} \text{ m}$). Daerah 0.8 hingga 2.5 m disebut inframerah dekat dan daerah 15 hingga 200 m disebut inframerah jauh (Sastrohamidjojo, 1992). Dimana atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergerak). Bila radiasi inframerah (IR) dilewatkan melalui suatu cuplikan maka molekul-molekulnya dapat mengabsorpsi (menyerap) energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*).

Pada karakterisasi piropilit dengan menggunakan spektrofotometri inframerah diharapkan dapat diketahui terjadinya proses dehidroksilasi (lepasnya molekul air kristal yang dimulai pemanasan diatas temperatur 450°C). Menurut penelitian Wang, dkk., (2003) tentang proses kalsinasi pada mineral piropilit yang dilakukan dengan temperatur antara 200°C sampai 1250°C menunjukkan suatu fenomena baru yaitu masuknya molekul CO_2 (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dalam kisi-kisi piropilit selama proses dehidroksilasi berlangsung. Hasil ini telah diuji dengan menggunakan spektroskopi inframerah (spektrometer Bruker IFS 66v pada daerah bilangan gelombang $2000 - 13000 \text{ cm}^{-1}$ pada temperatur kamar, lubang laser 1-2,5 mm, lampu tungsten, nitrogen

cair yang didinginkan dengan Hg-Cd detektor tellurium, dan CaF_2 beam, masing-masing spektrum diukur dengan menggunakan resolusi 2 cm^{-1} dengan jumlah scan 350-512, serta pengukuran telah dilakukan dalam kondisi dibawah tekanan vakum). Keberadaan molekul CO_2 pada kisi piropilit terlihat pada bilangan gelombang sekitar 2347 cm^{-1} . Dengan naiknya temperatur kalsinasi menyebabkan intensitas CO_2 berkurang karena sebagian molekul CO_2 akan berubah menjadi molekul CO yang terdeteksi pada bilangan gelombang sekitar 2156 cm^{-1} dan tidak menutup kemungkinan bisa juga terbentuk molekul karbonat (CO_3^{2-}). Dengan lepasnya air kristal dapat dilihat dari melemahnya spektra OH dari H_2O pada bilangan gelombang $3700\text{-}3400 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Novitasari, dkk., (2008) telah terjadi penurunan nilai absorbansi pada bilangan gelombang $3482,23 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus OH dari air kristal pada piropilit teraktivasi HCl 3M dan dikalsinasi 600°C selama 5 jam dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Hal ini menunjukkan bahwa dengan dilakukannya proses kalsinasi, maka ada sebagian molekul air kristal yang terlepas akibat pemanasan tersebut (terjadi proses dehidroksilasi pada mineral piropilit). Fenomena ini didukung dengan naiknya nilai absorbansi pada bilangan gelombang $2360,71 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus $\text{C}=\text{O}$ pada CO_2 (Wang, dkk., 2003).

2.10 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, dan Ukuran Pori Menggunakan Metode BET (Lowell dan Shield, 1984)

2.10.1 Perhitungan Luas Permukaan Adsorben

Untuk menghitung luas permukaan padatan sebagai adsorben dengan alat *Surface Area Analyzer*, merupakan metode adsorpsi gas yang termasuk jenis adsorpsi fisika. Adsorpsi gas dengan zat padat berlangsung pada suhu nitrogen cair (-196°C). Brauneur, Emmet dan Teller mencetuskan teori BET yang didasarkan pada teori kinetik gas yang diperluas untuk n lapisan. Teori kinetik gas mengasumsikan bahwa:

- Laju adsorpsi = laju desorpsi
- Tumbukan antar molekul diabaikan
- Tumbukan antar molekul dengan permukaan (adsorbat-adsorben) bersifat elastis

- Molekul yang teradsorpsi merupakan lapisan tunggal (monolayer)
- Permukaan adsorben bersifat homogen

Pada teori BET digunakan persamaan sebagai berikut:

$$\frac{1}{W(P_0/P - 1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C - 1}{W_m C} \left[\frac{P}{P_0} \right] \quad (2.4)$$

dengan: P/P_0 : tekanan gas yang digunakan
 P_0 : tekanan uap jenuh adsorbat
 W : massa adsorbat pada P/P_0
 W_m : massa adsorbat pada monolayer jenuh
 C : konstanta BET

Massa adsorbat (W) diperoleh sebagai berikut:

$$W = V_{\text{ads}} \times W_s \times \rho_{N_2} \quad (2.5)$$

dengan : V_{ads} : volume gas N_2 yang terserap pada P/P_0
 W_s : massa sampel
 ρ_{N_2} : 1,2506 g/L

Pada perhitungan luas permukaan padatan dengan metode BET, data P/P_0 yang digunakan adalah kisaran 0,05-0,35 karena pada daerah inilah yang memberikan kurva hubungan yang linier.

Sehingga dengan $Y = \frac{1}{W(P_0/P - 1)}$ dan $X = P/P_0$ diketahui sebagai

berikut:

Slope (s) : $(C-1)/W_m C$

Intersep (i) : $1/W_m C$

dengan demikian diperoleh:

$$W_m = 1 / (i + s) \quad (2.6)$$

Luas permukaan padatan dapat dihitung dengan cara sebagai berikut:

$$St = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.7)$$

dengan : St = luas permukaan total

N = bilangan Avogadro molekul adsorbat ($6,022 \times 10^{23}$ /mol)

A =ampang lintang $N_2 = 16,2 \text{ \AA}$

M = massa molekul relatif $N_2 = 28 \text{ g/mol}$

Dengan demikian luas permukaan spesifik dapat dihitung sebagai berikut:

$$S_{\text{BET}} = S_t / W_s \quad (2.8)$$

dengan: S_{BET} = luas permukaan spesifik padatan
 W_s = massa sampel

2.10.2 Penentuan Volume Pori Total

Volume pori-pori total dapat dihitung dengan perumusan sebagai berikut:

$$V_p = V_{liq} = \frac{P \times V_{ads} \times V_m}{R \times T} \quad (2.9)$$

dengan: V_p = volume pori-pori total

V_{liq} = volume N_2 cair yang terserap

R = konstanta gas = $82,057 \text{ cm}^3 \cdot \text{atm} / \text{g} \cdot \text{mol} \cdot \text{K}$

P = tekanan uap N_2 cair = 1 atm

T = suhu N_2 cair = 273 K

V_{ads} = volume gas N_2 yang terserap

V_m = volume N_2 cair = $34,6 \text{ cm}^3 / \text{mol}$

Sehingga dengan demikian diperoleh persamaan sebagai berikut:

$$V_p = V_{gas} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \quad (2.10)$$

dengan: V_{gas} = jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_o \approx 1$

2.10.3 Penentuan Jari-jari Pori Rata-rata

Dengan asumsi geometri pori-pori adalah silinder, sehingga diperoleh perumusan sebagai berikut:

$$\bar{r}_p = \frac{2 V_p}{S_{BET}} \quad (2.11)$$

dengan: V_p = Volume pori-pori total

S_{BET} = Luas permukaan spesifik

2.11 Hipotesis

Berdasarkan teori-teori yang ada, dapat diajukan hipotesis sebagai berikut:

1. Terjadi kenaikan nilai kapasitas adsorpsi mineral piropilit terhadap ion klorida akibat pengaruh temperatur dan lama kalsinasi.
2. Terjadi kenaikan nilai luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata mineral piropilit akibat kalsinasi (aktivasi fisik) pada kondisi optimum.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama ± 3 bulan (Februari-Mei) 2008 di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang. Karakterisasi hasil spektrofotometri inframerah dilakukan di Laboratorium Instrumen Universitas Brawijaya sedangkan penentuan luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata menggunakan metode BET dilakukan di BATAN Yogyakarta.

3.2 Bahan dan Alat penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Sampel mineral piropilit yang digunakan dalam penelitian ini berupa bongkahan batuan, diambil dari Desa Karang Gede, Kecamatan Arjosari, Kabupaten Pacitan Jawa Timur.

3.2.2 Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia pro analisis (p.a) yaitu larutan NaCl, larutan HNO₃ pekat 65%, Fe(NH₄)(SO₄)₂·12H₂O, Hg(SCN)₂, etanol, AgNO₃ 1%, dan akuades.

3.2.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: ayakan 120 mesh (0,13 mm) dan 150 mesh (0,11 mm), *surface area analyzer* merk NOVA 1000, spektrofotometri inframerah (JASCO model FT/IR-5300), spektrofotometri sinar tampak (CE 2434 Grating Spectrophotometer-Cecil Alpha Series), tanur (Nabertherm model N-31), oven (Fisher Scientific Isotemp[®] 655 F), desikator, neraca analitis (Mettler Toledo AL204), pengocok elektrik (Edmund Buhler SM 25), botol semprot, mortar, bola hisap, kertas saring whatman 41, cawan porselin, alumunium foil, pH meter merk inolab, serta peralatan gelas.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan kerja dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi piropilit.
2. Penentuan panjang gelombang maksimum Cl^- .
3. Pembuatan kurva baku Cl^- .
4. Penentuan kapasitas adsorpsi piropilit hasil preparasi terhadap Cl^- .
5. Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap kapasitas adsorpsi piropilit menggunakan Cl^- .
6. Pengaruh lama kalsinasi terhadap kapasitas adsorpsi piropilit menggunakan Cl^- .
7. Uji kandungan Cl^- dalam filtrat yang tidak teradsorpsi dengan metode merkuri(II)tiosianat.
8. Karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah dengan hasil spektra inframerah digunakan untuk mengetahui adanya proses dehidroksilasi, serta BET untuk mengetahui luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata.
9. Analisis data.

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi Piropilit

Mengacu pada prosedur preparasi piropilit oleh Bintara, dkk., (2007) sejumlah mineral piropilit ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan berukuran 120 mesh. Padatan yang lolos diayak lagi menggunakan ayakan berukuran 150 mesh. Satuan ukuran partikel biasanya dalam bentuk mesh. Satuan ini dapat dikonversikan menurut satuan Amerika (US mesh) (Dofner, 1991):

$$\text{US mesh} : \frac{16}{\text{mesh}} = \text{diameter partikel (mm)} \quad (3.1)$$

Padatan yang tertahan pada ayakan kedua (150 mesh), dicuci dengan akuades sampai bebas ion klorida. Filtrat diuji kandungan Cl^- secara kualitatif dengan cara diambil 1 mL filtrat, dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambah 3 tetes HNO_3 0,1M, lalu ditambah 3 tetes AgNO_3 0,1M. Apabila masih terbentuk endapan putih (yang menandakan bahwa pada filtrat masih mengandung Cl^-) maka sampel dicuci kembali dengan akuades. Sampel kemudian dikeringkan pada suhu 105°C sampai diperoleh berat konstan.

3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Cl^- (Greenberg, dkk., 1992)

Dipipet larutan Cl^- 100 ppm sebanyak 2,5 mL dalam labu ukur 25 mL, ditambah 2,0 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL, diencerkan sampai tanda batas dengan aquades. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang antara 400-500 nm. Diperoleh panjang gelombang maksimum pada 460 nm (Lampiran 4) yang akan digunakan untuk penentuan Cl^- selanjutnya.

3.4.3 Pembuatan Kurva Baku Cl^- (Greenberg, dkk., 1992)

Dipipet larutan Cl^- 100 ppm dengan volume masing-masing (0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4; dan 4,5)mL dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambah 2,0 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL, diencerkan sampai tanda batas dengan aquades. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansi masing-masing pada panjang gelombang maksimum 460 nm dan dibuat kurva hubungan konsentrasi (sumbu x) terhadap absorbansi (sumbu y) sehingga diperoleh persamaan kurva baku $y=0,0479x$ (Lampiran 5).

3.4.4 Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit Hasil Preparasi terhadap Cl^- (Mutrofin, dkk., 2007)

Ditimbang 0,2 gram sampel piropilit berukuran (0,13-0,11)mm hasil preparasi dan dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam, dan disaring dengan kertas saring Whatman 41, filtrat ditampung dalam erlenmeyer 250 mL dan dilakukan uji kandungan Cl^- dalam filtrat dengan metode merkuri(II)tiosianat (prosedur 3.4.7).

3.4.5 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^- (Wang, dkk., 2003 dan Novitasari, dkk., 2008)

Sampel piropilit hasil preparasi berukuran (0,13-0,11)mm sebanyak 1 gram (disiapkan 5 sampel) dimasukkan dalam cawan

porselin untuk dikalsinasi pada variasi temperatur 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C selama 5 jam, kemudian sampel hasil kalsinasi dimasukkan dalam desikator. Masing-masing sampel ditimbang 0,2 gram dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 41, filtrat ditampung dalam erlenmeyer 250 mL dan dilakukan uji kandungan Cl^- dalam filtrat dengan metode merkuri(II)tiosianat (prosedur 3.4.7). Diperoleh data dan grafik hubungan temperatur (sumbu x) terhadap kapasitas adsorpsi piropilit (sumbu y) sehingga diperoleh temperatur kalsinasi optimum yaitu pada temperatur 500°C (Gambar 4.1), yang akan digunakan untuk pengaruh lama kalsinasi untuk perlakuan selanjutnya.

3.4.6 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^- (Wang, dkk., 2003 dan Novitasari, dkk., 2008)

Sampel piropilit hasil preparasi berukuran (0,13-0,11)mm sebanyak 1 gram dimasukkan dalam cawan porselin (disiapkan 5 sampel) untuk dikalsinasi pada temperatur kalsinasi optimum yaitu pada temperatur 500°C dengan variasi lama kalsinasi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam, kemudian sampel hasil kalsinasi dimasukkan dalam desikator. Masing-masing sampel ditimbang 0,2 gram dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 41, filtrat ditampung dalam erlenmeyer 250 mL dan dilakukan uji kandungan Cl^- dalam filtrat dengan metode merkuri(II)tiosianat (prosedur 3.4.7). Diperoleh data dan grafik hubungan lama kalsinasi (sumbu x) terhadap kapasitas adsorpsi piropilit (sumbu y) sehingga diperoleh lama kalsinasi optimum yaitu pada kalsinasi selama 5 jam (Gambar 4.2).

3.4.7 Penentuan Cl^- dalam Filtrat yang Tidak Teradsorpsi dengan Metode Merkuri(II)Tiosianat (Greenberg, dkk., 1992)

Sebanyak 2,5 mL larutan filtrat hasil perlakuan 3.4.4, 3.4.5, dan 3.4.6, masing-masing dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, selanjutnya ditambahkan 2,0 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL, diencerkan sampai tanda batas. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansi masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang maksimum 460 nm. Konsentrasi Cl^- dalam sampel ditentukan dengan cara memasukkan nilai absorbansi sampel ke dalam persamaan kurva baku $y=0,0479x$.

Nilai kapasitas adsorpsi piropilit terhadap Cl^- dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut (Oscik dan Cooper, 1982):

$$q_c = \frac{V (C_o - C_s)}{W} \quad (3.1)$$

Dengan: C_o = konsentrasi klorida awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_s = konsentrasi klorida akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_s = X \cdot fp$ dimana fp = faktor pengenceran;

X = konsentrasi Cl^- saat pengukuran (ppm)

W = berat sampel piropilit (gram)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (liter)

q_c = kapasitas adsorpsi piropilit (mg/g)

Jumlah Cl^- yang teradsorpsi dapat dihitung menggunakan rumus:

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\% \quad (3.2)$$

Dimana: C_o = konsentrasi Cl^- sebelum teradsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi Cl^- sesudah teradsorpsi (mg/L)

3.4.8 Analisis Gugus Fungsi Piropilit dengan Spektrofotometri Inframerah (Sastrohamidjojo, 1992)

Karakterisasi secara spektrofotometri inframerah dilakukan pada sampel kondisi optimum (pada kalsinasi temperatur 500°C selama 5 jam). Sebanyak 0,1 g sampel piropilit dimasukkan dalam pelet KBr

dengan perbandingan massa sampel dengan pellet KBr yaitu 1:10 dan selanjutnya sampel dianalisis spektra IR-nya.

3.4.9 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, dan Ukuran Pori Menggunakan Metode BET (Lowell dan Shield, 1984)

Karakterisasi dengan menggunakan metode BET dilakukan pada sampel piropilit kondisi optimum (pada kalsinasi temperatur 500°C selama 5 jam). Produk mineral piropilit dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori. Sebelum diukur dengan *Surface Area Analyzer* (SAA), piropilit Arjosari pada kondisi optimum dipanaskan pada suhu 105°C kemudian diletakkan pada desikator dan ditimbang sampai diperoleh berat konstan. Selanjutnya dilakukan *degassing* sampel menggunakan gas N₂ dengan kecepatan alir 40 mBar/menit pada suhu 150°C selama 1 jam. Sampel dikarakterisasi dengan *Surface Area Analyzer* (SAA), sampai diperoleh data volume gas N₂ teradsorpsi. Selanjutnya data yang diperoleh diolah dengan metode BET.

3.5 Analisis Data (Kusriningrum, 2008)

Data absorbansi Cl⁻ oleh piropilit, selanjutnya dilakukan analisis menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan dengan uji F pada taraf nyata 5%. Apabila terdapat perbedaan dilanjutkan dengan Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh setiap perlakuan satu dengan perlakuan yang lain. Digunakan Uji Jarak Duncan karena pada penelitian ini dilakukan variasi perlakuan lebih dari tiga. Untuk menentukan perlakuan mana yang memberikan nilai optimum. Adapun pola analisis yang digunakan, dapat ditunjukkan seperti Tabel 3.5.1 dibawah ini:

Untuk uji ada tidaknya pengaruh temperatur dan lama kalsinasi pada kapasitas adsorpsi menggunakan Cl⁻ maka dilakukan uji F dengan cara sebagai berikut:

1. Menghitung faktor koreksi:

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} \quad (3.4)$$

Tabel 3.5.1 Analisis Data RAL Secara Umum Dengan p Perlakuan dan n Pengulangan

Perlakuan		Pengulangan		Total
X_0	$X_{0,1}$	$X_{0,2}$	$X_{0,3}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_0$
X_1	$X_{1,1}$	$X_{1,2}$	$X_{1,3}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_1$
X_2	$X_{2,1}$	$X_{2,2}$	$X_{2,3}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_2$
X_3	$X_{3,1}$	$X_{3,2}$	$X_{3,3}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_3$
X_4	$X_{4,1}$	$X_{4,2}$	$X_{4,3}$	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_4$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK):

- a. JK total = $\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - FK$ (3.5)

- b. JK perlakuan = $\frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - FK$ (3.6)

- c. JK galat = JK total – JK perlakuan (3.7)

3. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman :

- a. KT perlakuan = $\frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}}$ (3.8)

$$b. Kt \text{ galat} = \frac{JK \text{ galat}}{dB \text{ galat}} \quad (3.9)$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{\text{hitung}} \text{ perlakuan} = \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galat}} \quad (3.10)$$

Setelah jumlah kuadrat total, perlakuan dan galat dihitung dapat dibuat analisis uraian seperti yang diperlihatkan pada Tabel 3.5.2:

Tabel 3.5.2 Analisis Sidik Ragam Satu Arah

Sumber Keragaman	DB	JK	KT	F _{hitung}
Perlakuan	p-1	JKp	KTp	KTp / KT
Galat	p (n-1)	JKg	KTg	
Total	pn - 1	JKt		

Keterangan: p = banyak perlakuan
n = banyaknya ulangan
dB = derajat bebas

Untuk menghitung beda nyata terhadap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1) sebagai berikut:

H_0 = tidak ada pengaruh perlakuan

H_1 = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

Jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ atau $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ dapat dilakukan Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh setiap perlakuan satu dengan perlakuan yang lain.

Dalam Uji Jarak Duncan tidak menggunakan satu titik kritis sebagaimana pada uji BNT, tetapi **menggunakan (t-1) titik kritis**. Titik-titik kritis ini disebut dengan Jarak Nyata di *student* (*Significant Studentized Range* = **SSR**), dan dinamakan pula jarak Nyata Duncan (JND).

Uji jarak Duncan menggunakan **LSR** (*Least Significant Range*) atau juga disebut Jarak Nyata Terkecil (JNT), untuk menentukan apakah dua nilai tengah atau dua nilai rata-rata pengamatan dengan jarak tertentu berbeda atau tidak berbeda.

Adapun cara untuk menggunakan Uji Jarak Duncan adalah sebagai berikut:

1. Menghitung beda rata-rata antar perlakuan.
2. Mencari SSR (*Significant Studentized Range*) atau Jarak Nyata Duncan (JND) untuk masing-masing perlakuan.

3. Menghitung (s.e) =
$$\sqrt{\frac{KTG}{n}} \quad (3.11)$$

4. Menghitung LSR (*Least Significant Range*) Jarak Nyata Terkecil untuk masing-masing perlakuan.

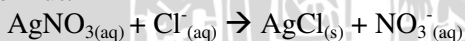
Dimana: $LSR = SSR \times s.e.$ (3.12)

5. Dibandingkan satu per satu dari hasil beda yang diperoleh dengan LSR masing-masing perlakuan.
6. Kesimpulan:
 - a. Jika $LSR < X_A - X_B \rightarrow$ berarti ada beda nyata
 - b. Jika $LSR > X_A - X_B \rightarrow$ berarti tidak ada beda nyata
7. Pada Uji Jarak Duncan nilai optimum juga dapat ditentukan dari nilai SSR yang paling besar sebagai acuan atau sebagai teladan, selain itu juga dapat didukung dari hasil grafik yang menunjukkan titik optimumnya.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Piropilit

Preparasi sampel piropilit ini bertujuan untuk mendapatkan padatan piropilit dengan ukuran partikel yang seragam yaitu 150 mesh (0,13-0,11)mm sehingga diharapkan memiliki luas permukaan dan kemampuan yang sama untuk menyerap molekul adsorbat, yang akan digunakan untuk penentuan kapasitas adsorpsi mineral piropilit alam Arjosari Pacitan. Sejumlah tertentu padatan mineral piropilit ditumbuk dengan menggunakan mortar kemudian serbuk piropilit diayak menggunakan ayakan yang berukuran 120 mesh, padatan yang lolos diayak kembali menggunakan ayakan yang berukuran 150 mesh. Padatan yang tertahan mempunyai ukuran partikel (0,13-0,11) mm, kemudian sampel (± 11 gram) dicuci dengan akuades (± 10 liter) sampai bebas ion klorida (uji kualitatif dengan AgNO_3 0,1M). Tujuan pencucian dengan akuades adalah untuk menghilangkan pengotor (yang menyertai mineral piropilit) yang dapat larut dalam air. Sedangkan filtrat hasil pencucian piropilit dilakukan uji kualitatif dengan cara diasamkan dengan HNO_3 0,1M dan ditambahkan AgNO_3 0,1M untuk mengidentifikasi adanya ion klorida. Filtrat hasil pencucian piropilit dapat dinyatakan bebas klorida apabila tidak terbentuk endapan putih dari AgCl di dalam filtrat, dengan reaksi sebagai berikut:



Tujuan pencucian sampai bebas ion klorida ini adalah untuk menghilangkan semua ion klorida yang berada dalam piropilit agar keberadaannya tidak mengganggu pada saat proses adsorpsi. Setelah itu serbuk piropilit dengan ukuran partikel (0,13-0,11)mm dipanaskan pada oven dengan suhu 105°C yang bertujuan untuk menghilangkan molekul air hidrat yang terkandung di dalam piropilit setelah proses pencucian. Sampel piropilit dimasukkan dalam desikator dan ditimbang (3 kali penimbangan) sampai diperoleh berat konstan, sehingga dalam preparasi sampel ini didapatkan sampel piropilit (± 10 gram) bebas ion klorida dengan berat konstan.

4.2 Aktivasi Piropilit dengan Kalsinasi (Aktivasi Fisik)

Piropilit alam hasil penambangan umumnya masih banyak mengandung impuritis atau mineral lain yang menyertai. Oleh sebab itu untuk meningkatkan kemampuan piropilit dalam proses adsorpsi maka perlu dilakukan suatu proses aktivasi. Sampel piropilit yang sudah dipreparasi kemudian diaktivasi secara fisik melalui kalsinasi dengan variasi temperatur kalsinasi pada 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C selama 5 jam. Temperatur kalsinasi optimumnya akan digunakan untuk kalsinasi dengan variasi lama kalsinasi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam. Tujuan dari kalsinasi (aktivasi fisik) ini adalah untuk menguapkan air kristal (pemanasan diatas temperatur 450°C) yang terperangkap dalam kisi-kisi kristal piropilit (terjadinya proses dehidroksilasi) serta untuk menghilangkan impuritis seperti K_2O (mempunyai titik leleh 350°C) pada piropilit sehingga dapat memperbesar luas permukaan spesifik dan rongga pori piropilit semakin terbuka, diharapkan dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi piropilit untuk mengadsorpsi Cl^- , seiring dengan meningkatnya temperatur maupun lama kalsinasi.

Menurut Saintz-Diaz, dkk., (2000) secara umum struktur piropilit adalah S-G-S (Gambar 2.1) yang mempunyai rongga pori. Menurut Oscik dan Cooper (1982), mekanisme proses adsorpsi Cl^- pada piropilit secara fisik dapat terjadi karena molekul-molekul pada permukaan adsorben dikelilingi oleh molekul lain dengan cara yang tidak simetris, sehingga gaya-gaya yang bekerja pada permukaan adsorben menjadi tidak seimbang. Ketidakseimbangan gaya-gaya pada permukaan adsorben tersebut mengakibatkan molekul-molekul pada permukaan adsorben cenderung untuk menarik molekul lain, sehingga terjadi peristiwa adsorpsi. Ion klorida dalam larutan berada dalam keadaan tersolvasi oleh molekul-molekul air. Molekul air yang bersifat polar akan mengelilingi Cl^- sehingga bagian positif dari molekul air tersebut akan menarik Cl^- yang bermuatan negatif. Akibat adanya gaya tarik yang terjadi antar Cl^- tersolvasi, maka Cl^- dapat masuk dan tertahan di dalam rongga pori piropilit. Gaya tarik tersebut merupakan antar aksi antara dwikutub-dwikutub yang akan menghasilkan energi orientasi yang bersifat tarik-menarik sehingga menghasilkan ikatan Van der Waals yang dapat menahan Cl^- di dalam rongga pori piropilit yang sebagian telah kosong akibat hilangnya air kristal dan impuritis seperti K_2O setelah proses kalsinasi.

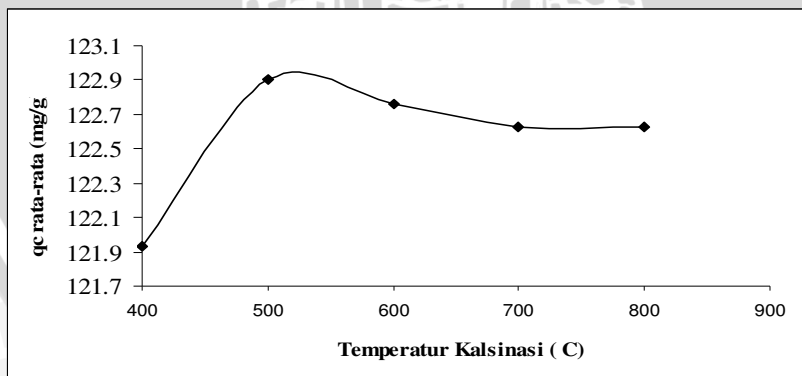
4.3 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit dengan Larutan Cl^- 300 ppm

Untuk mengetahui pada temperatur berapa proses kalsinasi (aktivasi fisik) dapat menghasilkan kapasitas adsorpsi (q_c) yang optimum, maka terlebih dahulu ditentukan parameter temperatur kalsinasinya dengan cara memvariasi temperatur kalsinasi pada 400°C , 500°C , 600°C , 700°C , dan 800°C selama 5 jam. Selain itu dilakukan perbandingan kemampuan kapasitas adsorpsi mineral piropilit tanpa kalsinasi dan dengan kalsinasi untuk mengetahui sejauh mana pengaruh perlakuan kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit.

Tabel 4.1 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit

Temperatur kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	q_c (mg/g)			q_c rata-rata (mg/g)	% Teradsorpsi
	q_{c1}	q_{c2}	q_{c3}		
(0)*	119,9	119,5	119,5	119,6	79,75
400	121,6	122,1	122,1	121,9	81,29
500	122,9	122,9	122,9	122,9	81,93
600	122,9	122,5	122,9	122,8	81,84
700	122,5	122,5	122,9	122,6	81,75
800	122,9	122,5	122,5	122,6	81,75

Keterangan: (0)* Piropilit tanpa kalsinasi (temperatur ruang) sebagai kontrol



Gambar 4.1 Grafik Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit

Berdasarkan data pada Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa piropilit tanpa kalsinasi mampu mengadsorpsi Cl^- dengan nilai kapasitas adsorpsi (q_c) sebesar 119,6 mg/g (% teradsorpsi sebesar 79,75%). Hal ini disebabkan piropilit merupakan mineral mikropori, sehingga memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi anion dengan ukuran jari-jari yang lebih kecil daripada ukuran pori piropilit. Ion klorida mempunyai jari-jari ion 1,81 Å (Huheey, dkk., 1993), sedangkan piropilit Arjosari mempunyai jari-jari pori rata-rata 19,3 Å (Bintara, dkk., 2007), sehingga ion klorida dapat teradsorpsi secara fisik ke dalam pori-pori piropilit. Keadaan ini memungkinkan, tanpa kalsinasi, Cl^- sudah dapat teradsorpsi secara optimal. Hal ini juga menunjukkan bahwa piropilit mampu bertindak sebagai adsorben yang cukup baik terhadap Cl^- .

Nilai kapasitas adsorpsi (q_c) dan % teradsorpsi mineral piropilit meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Berdasarkan Tabel 4.1 dan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa pada piropilit dengan kalsinasi pada temperatur 400°C dan 500°C, nilai kapasitas adsorpsi semakin meningkat dikarenakan semakin banyak air kristal dan impuritis K_2O yang terlepas sehingga pori-pori piropilit semakin terbuka dan Cl^- dapat diadsorpsi lebih optimal. Nilai kapasitas adsorpsi optimum piropilit terletak pada temperatur kalsinasi 500°C yaitu 122,9 mg/g (% teradsorpsi sebesar 81,93%). Jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi maka terjadi kenaikan kapasitas adsorpsi sebesar 2,76%, dimana pada piropilit tanpa kalsinasi diperoleh kapasitas adsorpsi sebesar 119,6 mg/g (% teradsorpsi sebesar 79,75%). Proses kalsinasi hanya memberikan kenaikan kapasitas adsorpsi yang rendah, hal ini dimungkinkan karena struktur piropilit yang berupa lapisan-lapisan (*phylosilicate*) sehingga dengan adanya kalsinasi, senyawa impuritis atau pengotor piropilit yang berupa oksida logam diantaranya MgO , CaO , Na_2O , Fe_2O_3 , dan K_2O yang tidak bisa terlepas semuanya, tetapi sebagian besar masih ada yang tertahan pada lapisan di atasnya atau lapisan berikutnya. Oleh karena itu, banyak pada bagian permukaan dan pori-pori mineral piropilit terisi kembali oleh impuritis dari lapisan sebelumnya yang dapat menghambat proses adsorpsi.

Proses kalsinasi dengan temperatur yang lebih tinggi dari 500°C yaitu 600°C, 700°C, dan 800°C menyebabkan terjadinya sedikit penurunan hingga mencapai konstan terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit. Peristiwa ini dimungkinkan karena pada saat

berlangsungnya proses dehidroksilasi (proses lepasnya molekul air kristal pada pemanasan diatas temperatur 450°C) pada piropilit terdapat molekul CO_2 yang terperangkap dari udara dan masuk ke dalam kisi-kisi piropilit, sehingga menutup pori-pori piropilit dan hal tersebut yang dapat menghalangi proses adsorpsi (menghambat adsorbat Cl^- masuk untuk diadsorpsi lagi oleh piropilit). Keberadaan molekul CO_2 ini (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dimungkinkan berasal dari senyawa impuritis piropilit dalam bentuk logam atau garamnya yang terurai akibat kalsinasi sehingga terbentuk senyawa oksida logam dan molekul CO_2 , sebagai contoh $\text{K}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{K}_2\text{O} + \text{CO}_2$ (reaksi ini juga berlaku untuk senyawa impuritis piropilit yang lain seperti MgO dari MgCO_3 , CaO dari CaCO_3 , Na_2O , dan Fe_2O_3 yang kemungkinan berasal dalam bentuk logam atau garam yang lain). Setelah itu pada temperatur kalsinasi 700°C dan 800°C , nilai kapasitas adsorpsi mencapai konstan karena CO_2 yang terjebak didalam kisi-kisi piropilit telah jenuh. Keberadaan molekul CO_2 pada piropilit didukung dengan perbandingan gambar spektra inframerah untuk piropilit tanpa kalsinasi (Gambar 4.3) dan piropilit dengan kalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam (Gambar 4.4), adanya molekul CO_2 pada kisi piropilit terlihat pada bilangan gelombang sekitar $2322,13\text{ cm}^{-1}$ setelah proses kalsinasi.

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat ditunjukkan bahwa telah terjadi penurunan nilai absorbansi pada bilangan gelombang $3460,06\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus OH dari air kristal piropilit pada kalsinasi dengan temperatur 500°C selama 5 jam (Gambar 4.4) jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi pada bilangan gelombang $3459,09\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 4.3), terjadi penurunan gugus OH sebesar 49,37% (Tabel 4.4). Hal ini menunjukkan bahwa dengan dilakukannya proses kalsinasi, maka ada sebagian molekul air kristal yang terlepas akibat pemanasan tersebut (terjadi proses dehidroksilasi pada mineral piropilit). Pada saat proses dehidroksilasi berlangsung terdapat molekul CO_2 yang terperangkap dari udara (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dan masuk ke dalam kisi-kisi piropilit. Fenomena ini didukung dengan adanya nilai absorbansi pada bilangan gelombang $2322,13\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus $\text{C}=\text{O}$ pada CO_2 setelah proses kalsinasi (Gambar 4.4), hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Wang, dkk., (2003) bahwa keberadaan molekul CO_2 pada kisi piropilit terlihat pada bilangan gelombang sekitar $2322,13\text{ cm}^{-1}$.

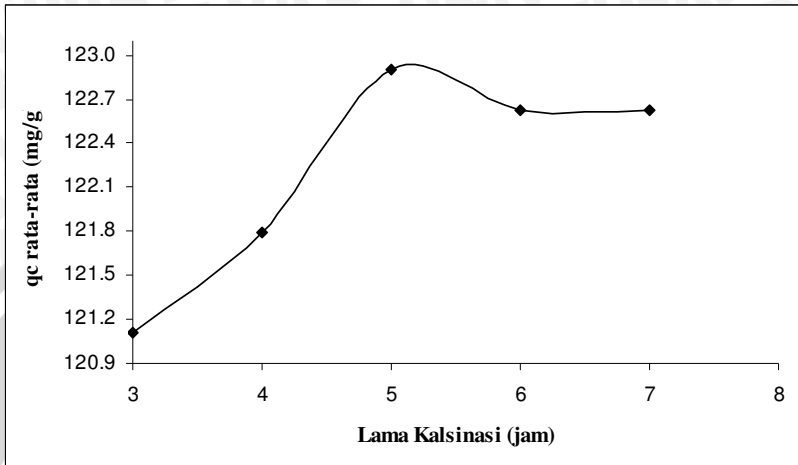
Berdasarkan analisa data menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) pada taraf nyata 5% ($\alpha = 0,05$) yang tersaji pada Tabel L.8.1.4 diperoleh nilai $F_{hitung} (9,13) > F_{tabel} (5,99)$, hal ini menunjukkan terdapat pengaruh temperatur kalsinasi pada penentuan kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan terhadap Cl⁻. Dilakukan Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh setiap perlakuan sehingga dapat ditentukan temperatur kalsinasi optimum terhadap kapasitas adsorpsi piropilit. Pada Tabel L.8.1.5 menunjukkan bahwa temperatur kalsinasi optimumnya adalah 500°C yang memberikan nilai SSR (*Significant Studentized Range*) paling besar dan didukung dengan gambar grafik yang menunjukkan titik optimumnya (Gambar 4.1). Pada Tabel L.8.1.5 dapat dilihat bahwa temperatur kalsinasi setelah optimum pada 600°C, 700°C, dan 800°C memberikan hasil yang tidak beda nyata, hal ini menunjukkan bahwa pada perlakuan tersebut memberikan pengaruh yang hampir sama sehingga nilai kapasitas adsorpsi piropilit terhadap Cl⁻ mengalami sedikit penurunan hingga konstan.

4.4 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit dengan Larutan Cl⁻ 300 ppm

Untuk mengetahui pada lama kalsinasi berapa adanya proses aktivasi fisik dapat menghasilkan kapasitas adsorpsi (q_c) yang optimum, maka terlebih dahulu ditentukan parameter lama kalsinasinya dengan cara memvariasi lama kalsinasi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam dan dikalsinasi pada temperatur kalsinasi optimumnya yaitu 500°C.

Tabel 4.2 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit

t (jam)	q _c (mg/g)			q _c rata-rata (mg/g)	% Teradsorpsi
	q _{c1}	q _{c2}	q _{c3}		
3	120,9	121,2	121,2	121,1	80,74
4	121,6	122,1	121,6	121,8	81,19
5	122,9	122,9	122,9	122,9	81,93
6	122,5	122,5	122,9	122,6	81,75
7	122,9	122,5	122,5	122,6	81,75



Gambar 4.2 Grafik Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit

Nilai kapasitas adsorpsi (q_c) mineral piropilit meningkat seiring dengan meningkatnya lama kalsinasi. Berdasarkan Tabel 4.2 dan Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa nilai kapasitas adsorpsi optimum piropilit terletak pada lama kalsinasi 5 jam yaitu 122,9 mg/g (% teradsorpsi sebesar 81,93%), hal ini berarti bahwa pada saat kalsinasi berlangsung selama 5 jam, banyak air kristal dan impuritis K_2O yang terlepas sehingga pori-pori piropilit semakin terbuka dan Cl^- dapat diadsorpsi lebih optimal. Sedangkan pada lama kalsinasi 3 jam dan 4 jam terjadi peningkatan kapasitas adsorpsi, hal ini terjadi karena piropilit dengan lama kalsinasi kurang dari 5 jam kemungkinan masih banyak air kristal dan impuritis K_2O yang belum bisa terlepas semua, sebagian besar masih ada yang terjebak di dalam pori-pori piropilit atau ada yang tertahan pada lapisan di atasnya (lapisan berikutnya) sehingga menutupi pori-pori piropilit. Nilai kapasitas adsorpsi yang diperoleh pada temperatur optimum $500^{\circ}C$ dan lama kalsinasi optimum 5 jam yaitu 122,9 mg/g, menunjukkan persentase kenaikan yang kecil sebesar 0,66% jika dibandingkan dengan lama kalsinasi 3 jam yaitu 122,1 mg/g. Hal ini berarti bahwa pengaruh lama kalsinasi dari 3 jam, 4 jam, dan 5 jam tidak memberikan perbedaan nilai kapasitas adsorpsi yang signifikan.

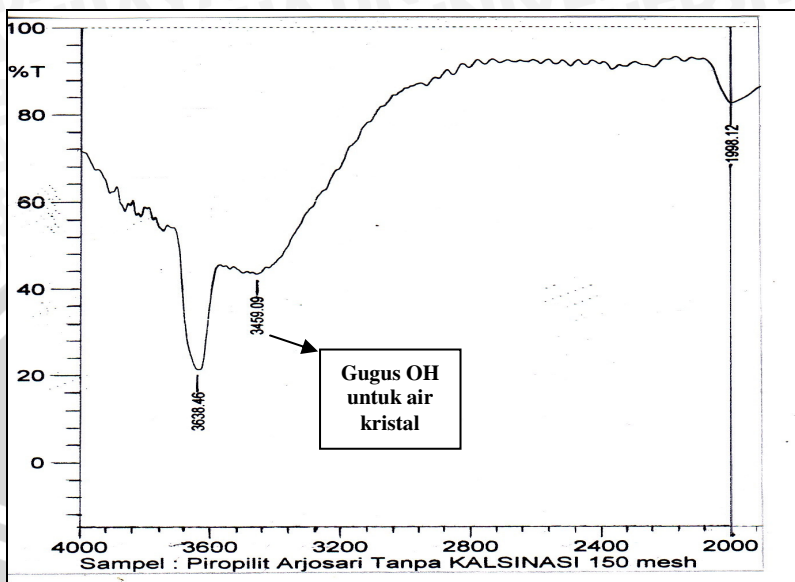
Proses kalsinasi yang lebih lama dari kalsinasi selama 5 jam yaitu 6 jam dan 7 jam menyebabkan terjadinya sedikit penurunan hingga mencapai konstan terhadap kapasitas adsorpsi mineral piropilit, hal ini dikarenakan semakin banyak CO₂ yang terjebak di dalam kisi-kisi piropilit seiring dengan terlepasnya molekul air kristal (proses dehidroksilasi). Selain itu, pada lama kalsinasi 6 jam dan 7 jam, nilai kapasitas adsorpsi mencapai konstan karena CO₂ yang terjebak didalam kisi-kisi piropilit telah jenuh. Keberadaan molekul CO₂ dan proses dehidroksilasi pada piropilit didukung dengan perbandingan gambar spektra inframerah untuk piropilit tanpa kalsinasi (Gambar 4.3) dan piropilit dengan kalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam (Gambar 4.4).

Tabel 4.3 Data Spektra Inframerah Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Tanpa Kalsinasi dan dengan Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

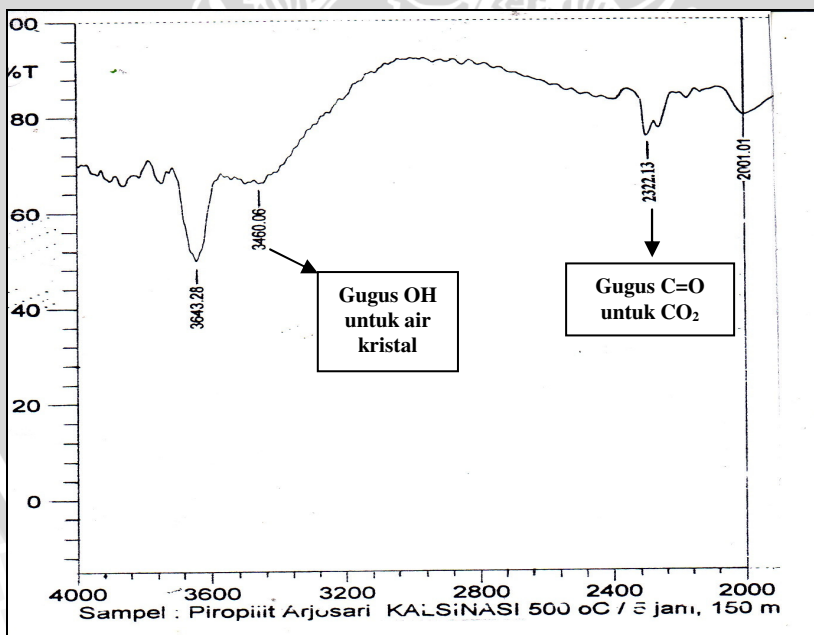
Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Piropilit Tanpa Kalsinasi		Piropilit dengan Kalsinasi 500°C selama 5 jam	
	%T	A	%T	A
3460,06	44	0,3565	66	0,1805
2322,13	0	0	76	0,1192

Tabel 4.4 Data Persentase Penurunan Spektra OH pada Mineral Piropilit Arjosari Pacitan

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Piropilit Tanpa Kalsinasi	Piropilit dengan Kalsinasi	% penurunan
	A	A	
3460,06 (spektra OH dari air kristal)	0,3565	0,1805	$= \frac{0,3565 - 0,1805}{0,3565} \times 100\%$ $= 49,37\%$



Gambar 4.3 Spektra Inframerah Piroplit Tanpa Kalsinasi



Gambar 4.4 Spektra Inframerah Piroplit dengan Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

Berdasarkan analisa data menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) pada taraf nyata 5% ($\alpha = 0,05$) yang tersaji pada Tabel L.9.1.4 diperoleh nilai $F_{hitung} (39,15) > F_{tabel} (5,99)$, hal ini menunjukkan terdapat pengaruh lama kalsinasi pada penentuan kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari Pacitan terhadap CI. Dilakukan Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh setiap perlakuan sehingga dapat ditentukan lama kalsinasi optimum terhadap kapasitas adsorpsi piropilit. Pada Tabel L.9.1.5 menunjukkan bahwa lama kalsinasi optimumnya adalah 5 jam yang memberikan nilai SSR (*Significant Studentized Range*) paling besar dan didukung dengan gambar grafik yang menunjukkan titik optimumnya (Gambar 4.2). Pada Tabel L.9.1.5 dapat dilihat bahwa lama kalsinasi setelah optimum pada 6 jam dan 7 jam memberikan hasil yang tidak beda nyata, hal ini menunjukkan bahwa pada perlakuan tersebut memberikan pengaruh yang hampir sama sehingga nilai kapasitas adsorpsi piropilit terhadap CI mengalami sedikit penurunan hingga konstan.

4.5 Pengaruh Kalsinasi (Aktivasi Fisik) terhadap Luas Permukaan Spesifik Padatan, Volume Pori Total, dan Jari-jari Pori Rata-Rata Pada Mineral Piropilit Arjosari Pacitan

Proses kalsinasi (aktivasi fisik) terhadap mineral piropilit Arjosari Pacitan berpengaruh terhadap luas permukaan spesifik padatan, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata. Penentuan nilai ketiganya dilakukan pada mineral piropilit yang menghasilkan nilai kapasitas optimum yaitu piropilit hasil kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam, data pengaruh kalsinasi terhadap kenaikan kapasitas adsorpsi dan luas permukaan spesifik padatan, volume pori total serta jari-jari pori rata-rata dapat ditunjukkan pada Tabel 4.5 dan Tabel 4.6.

Tabel 4.5 Data pengaruh Kalsinasi terhadap Kenaikan Kapasitas Adsorpsi

qc (mg/g) Tanpa kalsinasi	qc (mg/g) Kalsinasi 500°C/5 jam	Kenaikan qc (%)
119,6	122,9	2,76

Tabel 4.6 Data Karakterisasi Piropilit Tanpa Kalsinasi dan dengan Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

No	Karakterisasi Piropilit	Tanpa kalsinasi	Dengan kalsinasi
1.	Luas permukaan spesifik (m ² /g)	9,0422	3,58
2.	Volume pori total (cm ³ /g)	8,746x10 ⁻³	9,86 x10 ⁻³
3.	Jari-jari pori rata-rata (Å)	19,3	55,07

Berdasarkan Tabel 4.5, piropilit hasil kalsinasi pada kondisi optimum (500°C selama 5 jam) berpengaruh terhadap kenaikan kapasitas adsorpsi sebesar 2,76% jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Kenaikan ini juga didukung dengan terjadinya kenaikan nilai pada volume pori total dan jari-jari pori rata-rata, tetapi hal ini bertolak belakang dengan luas permukaan spesifik yang terjadi penurunan nilai. Terjadi penurunan nilai luas permukaan spesifik dari 9,0422 m²/g (tanpa kalsinasi) menjadi 3,58 m²/g (kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam) atau penurunan sebesar 60,40%. Hal ini dimungkinkan karena struktur piropilit yang berupa lapisan-lapisan (*phylosilicate*) sehingga dengan adanya kalsinasi, senyawa impuritis pada piropilit yang berupa oksida logam diantaranya MgO, CaO, Na₂O, Fe₂O₃, dan K₂O yang tidak bisa terlepas semuanya, tetapi sebagian besar masih ada yang tertahan pada lapisan di atasnya atau lapisan berikutnya. Oleh karena itu, banyak pada bagian permukaan dan pori-pori mineral piropilit terisi kembali oleh impuritis dari lapisan sebelumnya. Hal inilah yang menyebabkan Cl⁻ tidak dapat masuk ke dalam piropilit sehingga nilai kapasitas adsorpsi pada aktivasi fisik dengan kalsinasi selanjutnya menjadi sedikit menurun setelah diperoleh kondisi dan nilai kapasitas adsorpsi yang optimum. Data titik leleh senyawa impuritis pada piropilit yang berupa oksida logam ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Data Titik Leleh Senyawa Impuritis Piropilit

No	Oksida Logam	Titik Leleh (°C)
1.	MgO	2800
2.	CaO	2572-2580
3.	Na ₂ O	1275
4.	Fe ₂ O ₃	1565
5.	K ₂ O	350

Berbeda dengan luas permukaan spesifik, berdasarkan Tabel 4.6 terjadi kenaikan volume pori dan jari-jari pori rata-rata pada mineral yaitu terjadi kenaikan volume pori dari $8,746 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $9,86 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$ (kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam) atau kenaikan sebesar 12,74%, sedangkan jari-jari pori rata-rata mengalami kenaikan dari 19,3 Å (tanpa kalsinasi) menjadi 55,07 Å (kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam) atau kenaikan sebesar 185,34%. Menurut Lowell dan Shields (1984), kenaikan luas permukaan spesifik sebanding dengan kenaikan jari-jari pori rata-rata dan volume pori. Pada penelitian ini diperoleh hasil yang bertentangan dengan teori yang ada karena sampel piropilit Arjosari Pacitan seperti yang telah dinyatakan oleh Bintara, dkk., (2007) tidak benar-benar murni mineral piropilit saja tetapi juga mengandung mineral lainnya seperti kuarsa (SiO_2), rutil (TiO_2), hematit (Fe_2O_3), gotit ($\text{FeO}(\text{OH})$), kianit (Al_2SiO_5) dan gipsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dan juga terdapat senyawa impuritis atau pengotor yang berupa oksida logam yang menyertai mineral piropilit seperti MgO , CaO , Na_2O , Fe_2O_3 , Al_2O_3 dan K_2O , sehingga dimungkinkan yang terukur bukan hanya jari-jari pori piropilit tetapi juga jari-jari senyawa impuritisnya. Selain itu pada penelitian ini perhitungan jari-jari pori dilakukan dengan menggunakan jari-jari pori rata-rata yang dihasilkan dari beberapa pengukuran pori secara acak, maka tidak menutup kemungkinan pengukuran jari-jari pori rata-rata piropilit dengan adanya kalsinasi dapat menghasilkan nilai yang lebih besar daripada piropilit tanpa kalsinasi. Hal ini juga berlaku pada kenaikan volume pori akibat kalsinasi dikarenakan banyaknya impuritis atau pengotor yang berupa oksida logam yang menyertai mineral piropilit.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Temperatur dan lama kalsinasi berpengaruh terhadap kenaikan kapasitas adsorpsi mineral piropilit Arjosari, kondisi optimum diperoleh pada temperatur kalsinasi 500°C selama 5 jam dengan kapasitas adsorpsi sebesar 122,9 mg/g, dimana terjadi kenaikan kapasitas adsorpsi sebesar 2,76% jika dibandingkan dari piropilit tanpa kalsinasi.
- 2.a. Aktivasi fisik (kalsinasi) pada mineral piropilit Arjosari berpengaruh terhadap karakteristik mineral antara lain terjadi:
 - penurunan luas permukaan spesifik sebesar 60,40% dari $9,0422\text{ m}^2/\text{g}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $3,58\text{ m}^2/\text{g}$ (kalsinasi).
 - kenaikan volume pori sebesar 12,74% dari $8,746 \times 10^{-3}\text{ cm}^3/\text{g}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $9,86 \times 10^{-3}\text{ cm}^3/\text{g}$ (kalsinasi)
 - kenaikan jari-jari pori rata-rata sebesar 185,34% dari $19,3\text{ \AA}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $55,07\text{ \AA}$ (kalsinasi)
- b. Telah terjadi proses dehidroksilasi pada mineral piropilit Arjosari hasil kalsinasi, didukung dengan melemahnya spektra OH pada bilangan gelombang $3459,09\text{ cm}^{-1}$ dan munculnya spektra CO_2 pada bilangan gelombang $2322,13\text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang upaya peningkatan nilai kapasitas adsorpsi dengan metode lain sesuai dengan faktor-faktor yang mempengaruhi, misalnya: aktivasi kimia, pengaruh ukuran partikel, pengaruh jumlah adsorben serta pengaruh jumlah dan jenis adsorbat sehingga diharapkan dapat meningkatkan daya guna dan pemanfaatannya sebagai adsorben. Selain itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mempelajari prospek piropilit Arjosari Pacitan sebagai *filler* dan katalis.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 1998. Clay Mineral Pyrophyllite-Talc Group. <http://www.britanica.com>. tanggal akses 17 September 2007.
- Basset, J., Denny, R.C., Jeffry, G.H., dan Mendham, J. 1994. Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Edisi Keempat. Alih Bahasa: L. Setiono dan A.H. Pudjaatmaka. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta. hal.558-559.
- Bearat, H., Mc Kelvy, M.J., Chizmeshya, A.V.G., Sharma, R., dan Carpenter, R.W. 2002. Magnesium Hydroxide Dehydroxilation Carbonation Reaction Proseses; Implication for Carbon Dioxide Mineral Sequestration. *J. Ceramic. Soc. Amer.* 85: 742-748.
- Bernasconi, G. 1995. Teknologi Kimia. Edisi Kedua. Alih bahasa: Lienda Hanjoyo. PT.Pradnya Paramita. Jakarta. hal 204-206.
- Bintara, M.B. 2007. Karakterisasi Propilit Alam Pacitan Jawa Timur. Skripsi. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang.
- Denny. 2007. Sekilas Pacitan. <http://krist19.wordpress.com/sekilas-pacitan/html>. tanggal akses : 2 Desember 2007.
- Dorfner, K. 1991. Ion Exchange. Walter de Gruyter & Co. Berlin. hal. 496-504.
- Ewing, G.W., 1985, Instrumental Methods of Chemistry Analysis, 4th Edition, Mc. Graw-Hill and Co., New York, hal.44.
- Fardiaz, S. 1992. Polusi Air dan Udara. Kanisius. Bogor.
- Fyre, K. 1991 The Encyclopedia of Mineralogy : IVB. Hutchinson Ross Publishing Company. United State of America. hal. 430.
- Grant, J. 1972. Hackh's Chemical Dictionary. 4th Ed. Mc Graw-Hill Inc. United State of America.

- Greenberg, A.C., Cleseeri, L.S., dan Eaton, A.D. 1992. Standart Method for Water and Wastewater. Eighteenth Ed. American Public Health Association. New York. hal. 169-177, 292-295, 452-453.
- Greenwood, N.N., dan A. Earnshaw, 1988, Chemistry of the Element, Pergamon Press, Oxford, hal.342, 924.
- Huheey, J.E., Keiter, E.A., dan Keiter, R.L. 1993. Inorganic Chemistry. Third Ed. Harper International SI Edition. New York.
- Keren, R., Gross, P. R., dan Sparks, D. L. 1994. Equilibrium and Kinetics of Borate Adsorption-Desorption on Pyrophyllite in Aqueous Suspensions. *J. Soil. Sci. Soc. Amer.* 58 : 1116-1122.
- Kusriningrum, S.R. 2008 Perancangan Percobaan. Airlangga University Press. Surabaya. hal 45-83.
- Lowell. S., dan Shields, J.E. 1984. Powder Surface Area and Porosity. Second Ed. Chapman and Hall Ltd. London. hal. 14-66.
- Mikhail, R. dan Erich, R. 1983. Microstructure and Thermal Analysis of Solid Surface. John Wiley and Sons. USA. hal 24.
- Mutrofin, S., Kamulyan, B., dan Ponco, Y. 2007. Pengaruh Aktivasi HCl Pada Mineral Piropilit Alam Sumbermanjing Malang Selatan Dalam Upaya Meningkatkan Prospeknya Sebagai Adsorben Ion. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang. *J. Natural.* 2: 101.
- Novitasari, M.E.D. 2008. Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi pada Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan oleh Ion Ca^{2+} . Skripsi. Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Brawijaya. Malang.
- Oscik, J. dan Copper, I.I. 1982. Adsorption. John Wiley and Sons. New York. hal.109-111.

- Parker, S.P. 1984. Encyclopedia of Science and Technology. Mc.Graw Hill Book Company, New York. hal.24.
- Sainz-Diaz, C.L., Timon, V., Botella, V., dan Laguna, A. H. 2000. Isomorphus Substitution Effect on the vibration Frequencies of Hydroxyl Groups in Molecular Cluster Models of The Clay Oktohedral Sheet. *J. Amer. Mineral.* 85: 1038-1045.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. Spektroskopi Inframerah. Liberty. Yogyakarta. Hal 111.
- Sax, N.I., dan Lewis, R.J. 1987. Hawley's Condensed Chemical Dictionary. Eleventh Ed. Van Nostrand Reinhold Co. New York. hal. 153, 162, 200, 205, 720.
- Saxena, S., Prasad, M., Amritphale, S.S., dan Chandra, N. 2001. Adsorption Of Cyanide From Aqueous Solutions At Pyrophyllite Surface, *J. Sep. Pur. Tec.* 24: 263-270.
- Tan, K.H. 1998. Dasar-dasar Kimia Tanah. Edisi Kedua. UGM Press. Yogyakarta. hal 23-27.
- Thamzil. 1999. Potensi Zeolit untuk Mengolah Limbah Industri dan Radioaktif. <http://digilib.unikom.ac.id/go.php?id=jbptitbpp-gdl-proc-1999-melia-1191-zeolit-17k-Hasil Tambahan>. 22 Juli 2008.
- Van Vlack, L. H. 1982. Materials for Engineering: Concepts and Applications. Addison Wesley Publishing Company. Inc. Canada. hal. 320-321.
- Wahyuadi, S.J. 1996. Pemanfaatan Limabah Cair dan Padat. Buku Panduan: Teknologi Pengendalian Dampak Lingkungan. <http://www.menlh.go.id/usaha-kecil/index-view.php?sub=7>. tanggal akses: 1 Desember 2008.
- Wang, L., Zhang, M., Redfern, S.A.T., dan Zhang, Z. Y. 2003. Dehydroxylation and Transformations of The 2:1 Phyllosilicate Pyrophyllite at Elevated Temperatures: An Infrared Spectroscopic Study. *J. Of. Clay. Mineral. Soc*, 50: 272-283.

Webber, Jr. W. J. 1972. Physico Chemical Process For Water Quality Control. John Wiley Interscience, New York. pp 199, 229-296.

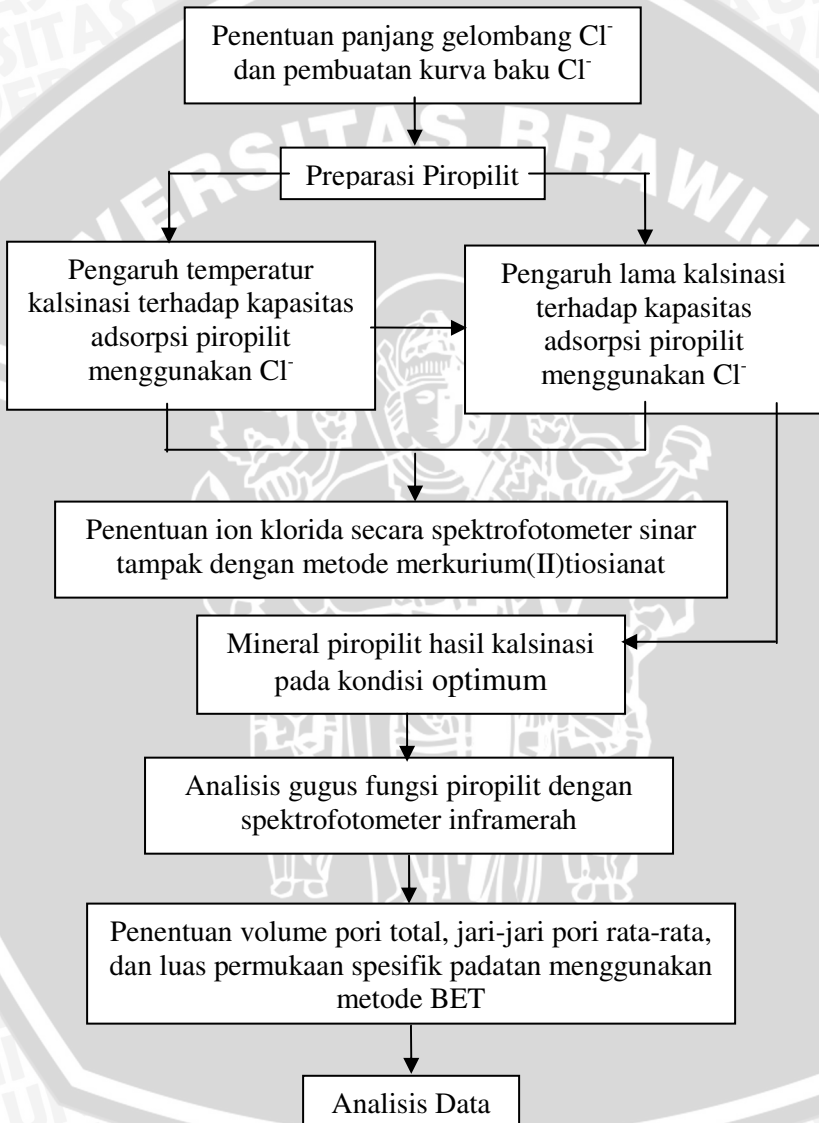
Willard, H.H., Merrit, L.L., dan Dean, J.A. 1988. Instrumental Method for Analysis. Seventh Ed. Wardsworth Inc. New York. hal. 230-233, 253.

Yang, R.T. 2003. Adsorbents: Fundamental and application. John Wiley and Sons Inc Publication. University of Micighan. hal 32.



LAMPIRAN 1

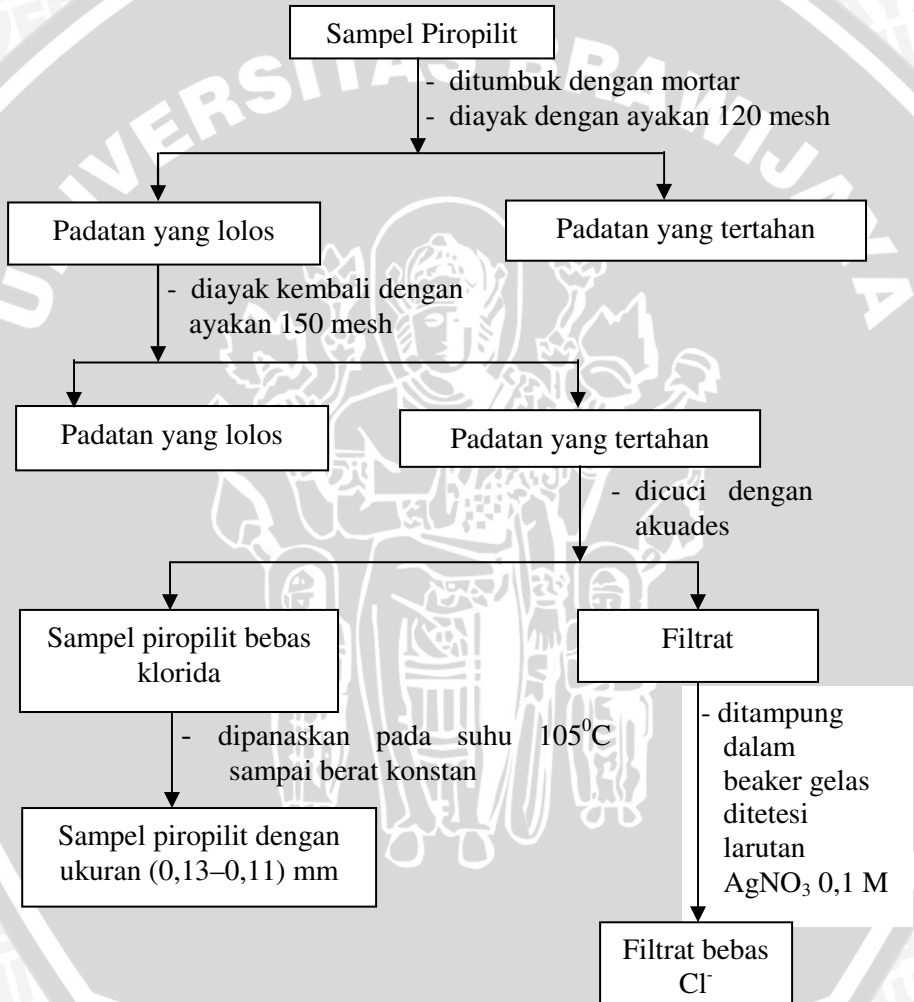
TAHAPAN PENELITIAN



LAMPIRAN 2

PROSEDUR KERJA

L.2.1 Preparasi Piropilit (Bintara, dkk., 2007)



L.2.2 Penentuan panjang gelombang maksimum Cl^- (Greenberg, 1992)

Larutan Cl^- 100 ppm

- diambil sebanyak 2,5 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- ditambah 2 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- ditambah 2 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol
- diencerkan dengan akuades sampai tanda batas

$[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$

- didiamkan 10 menit
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400 nm–500 nm

λ_{max} 460 nm

L.2.3 Pembuatan kurva baku Cl^- (Greenberg, 1992)

Larutan Cl^- 100 ppm

- diambil sebanyak (0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; dan 4,5) mL
- dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- ditambah 2 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- ditambah 2 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol
- ditambah akuades sampai tanda batas

$[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$

- didiamkan 10 menit
- diukur absorbansi pada panjang gelombang 460 nm
- dibuat kurva hubungan antara konsentrasi terhadap absorbansi

Kurva Baku Cl^-

L.2.4 Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit Hasil Preparasi terhadap Cl^- (Mutrofin, dkk., 2007)

Sampel piropilit ukuran (0,13-0,11)mm

- ditimbang 0,2 gram
- dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL yang telah berisi 100 mL larutan Cl^- 300 ppm
- dikocok dengan pengocok elektrik 100 rpm selama 3 jam
- disaring

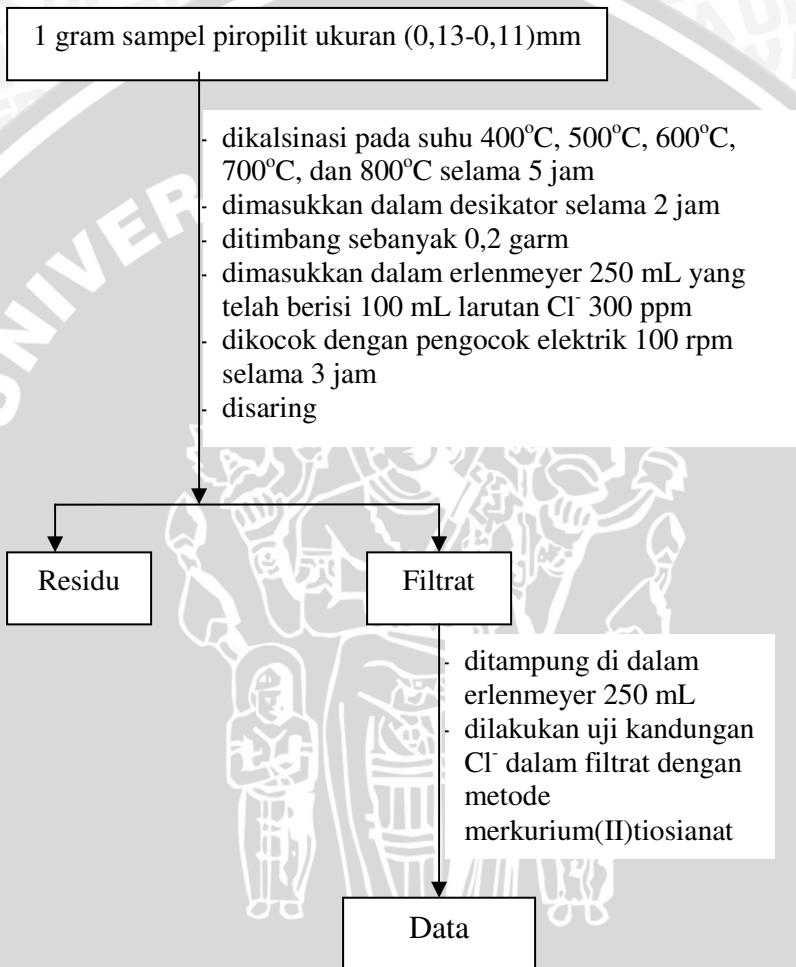
Residu

Filtrat

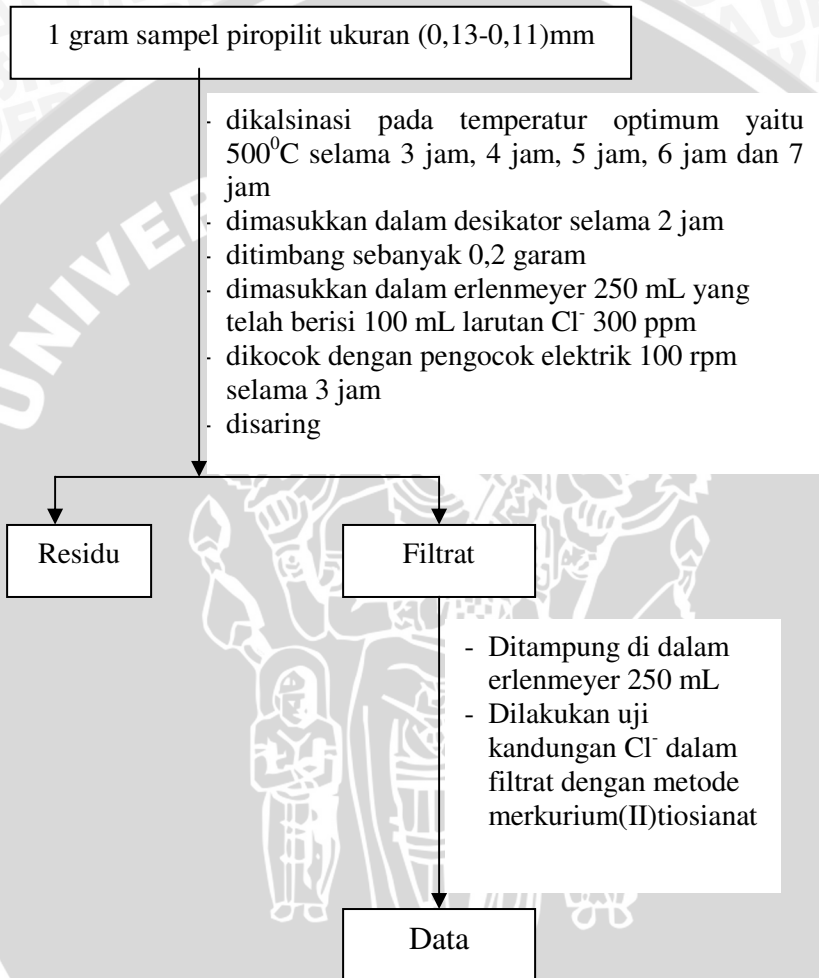
- ditampung di dalam erlenmeyer 250 mL
- dilakukan uji kandungan Cl^- dalam filtrat dengan metode merkuri(II)tiosianat

Data

L.2.5 Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^- (Wang, dkk., 2003 dan Novitasari, dkk., 2008)



L.2.6 Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit menggunakan Cl^- (Wang,dkk., 2003 dan Novitasari, dkk., 2008)



L.2.7 Penentuan Cl^- dalam Filtrat yang Tidak Teradsorpsi dengan Metode Merkuri(II)tiosianat (Greenberg, dkk., 1992)

2,5 mL filtrat hasil perlakuan 2.4, 2.5, 2.6

- dimasukkan masing-masing dalam labu ukur 25 mL
- ditambah 2 mL $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- ditambah 2 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol
- diencerkan sampai tanda batas

$[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$

- didiamkan 10 menit
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm

Data Kapasitas Adsorpsi Piropilit Terhadap Cl^-

L.2.8 Karakterisasi Piropilit

Sampel piropilit hasil kalsinasi 500°C selama 5 jam

- dikarakterisasi

Gugus fungsi
(Spektrofotometer inframerah)

Luas permukaan spesifik, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata dengan metode BET (Surface Area Analyzer)

LAMPIRAN 3

PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN

L.3.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Cl^-

L.3.1.1 Perhitungan dan pembuatan larutan Induk Cl^- 500 ppm

Untuk membuat 2000 mL larutan Cl^- 500 ppm, maka massa NaCl yang harus ditimbang dapat ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\begin{aligned}\text{Massa atom relatif (Ar) } \text{Cl}^- &= 35,5 \text{ g/mol} \\ \text{Massa molekul relatif (Mr) NaCl} &= 58,5 \text{ g/mol} \\ \text{Berat } \text{Cl}^- \text{ yang terdapat dalam larutan} &= 500 \text{ ppm} \times 2000 \text{ mL} \\ &= 500 \text{ mg/L} \times 2 \text{ L} \\ &= 1000 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat NaCl yang ditimbang} &= \frac{\text{Mr NaCl}}{\text{Ar Cl}^-} \times \text{berat } \text{Cl}^- \\ &= \frac{58,5 \text{ g/mol}}{35,5 \text{ g/mol}} \times 1000 \text{ mg} \\ &= 1647,8873 \text{ mg} \\ &= 1,6479 \text{ gram}\end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 1,6479 gram NaCl dan dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL kemudian diencerkan dengan sedikit akuades. Larutan dituang kedalam labu ukur 2000 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

L.3.1.2 Membuat Larutan Cl^- 300 ppm sebanyak 1000 mL

Untuk membuat 1000 mL larutan Cl^- 300 ppm, maka larutan Cl^- yang harus dipipet adalah :

$$\begin{aligned}V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\ V_1 \cdot 500 \text{ ppm} &= 1000 \text{ mL} \cdot 300 \text{ ppm} \\ V_1 &= 600 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet sebanyak 600 mL larutan Cl^- 500 ppm ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

L.3.1.3 Membuat Larutan Cl^- 100 ppm sebanyak 50 mL

Untuk membuat 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, maka larutan Cl^- yang harus dipipet adalah :

$$\begin{aligned}
 V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\
 V_1 \cdot 500 \text{ ppm} &= 100 \text{ mL} \cdot 100 \text{ ppm} \\
 V_1 &= 20 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet sebanyak 20 mL larutan Cl^- 500 ppm ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

L.3.2 Perhitungan dan pembuatan larutan $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M

L.3.2.1 Perhitungan larutan $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M

Untuk membuat larutan $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M sebanyak 25 mL maka massa $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ yang harus ditimbang dapat ditentukan melalui perhitungan sebagai berikut:

Massa molekul relatif (Mr) $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ = 482,19 gram/mol
 mol $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned}
 &= \text{Volume} \times \text{Molaritas} \\
 &= 0,025 \text{ L} \times 0,25 \text{ mol/L} \\
 &= 0,0625 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned}
 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 0,0625 \times 482,19 \text{ gram/mol} \\
 &= 3,0136 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Jadi massa $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ yang harus ditimbang adalah 3,0136 gram

L.3.2.2 Perhitungan dan pembuatan larutan HNO_3 9 M

Untuk membuat larutan induk HNO_3 9 M sebanyak 50 mL maka HNO_3 pekat yang harus dipipet ditentukan melalui perhitungan berikut:

BJ HNO_3 9 M Pekat = 1,42 g/mL

Kadar HNO_3 9 M Pekat = 65% (v/v)

BM HNO_3 9 M Pekat = 63,01 g/mol

$$\begin{aligned}
 [\text{HNO}_3] &= \frac{BJ}{BM} \times \text{kadar}(\%) \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\
 &= \frac{1,42 \text{ g/mL}}{63,01 \text{ g/mL}} \times 0,65 \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\
 &= 14,6485 \text{ mol/L} \\
 &= 14,6485 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Untuk membuat larutan HNO_3 9M dalam 50 mL maka dilakukan pengenceran dengan rumus :

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 14,6485 \text{ M} &= 50 \text{ mL} \times 9 \text{ M} \\
 V_1 &= 450 / 14,6485 \\
 V_1 &= 30,72 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet sebanyak 30,72 mL HNO₃ pekat kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

L.3.2.3 Pembuatan Larutan FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O 0,25 M dalam HNO₃ 9 M

Ditimbang FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O 0,25 M sebanyak 3,0136 gram, dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit larutan HNO₃ 9 M. Larutan dituangkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan larutan HNO₃ 9 M sampai tanda batas dan dikocok.

L.3.3 Perhitungan dan Pembuatan AgNO₃ 0,1 M

Untuk membuat 100 mL AgNO₃ 0,1 M maka massa AgNO₃ yang harus ditimbang adalah

$$\begin{aligned}
 \text{mol AgNO}_3 &= 0,1 \text{ M} \times \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \\
 &= 0,01 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 0,01 \text{ mol} \times 168,8767 \text{ g/mol} \\
 &= 1,6888 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 1,6888 gram AgNO₃ dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades. Larutan dituangkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

L.3.4 Pembuatan Hg(SCN)₂ dalam etanol

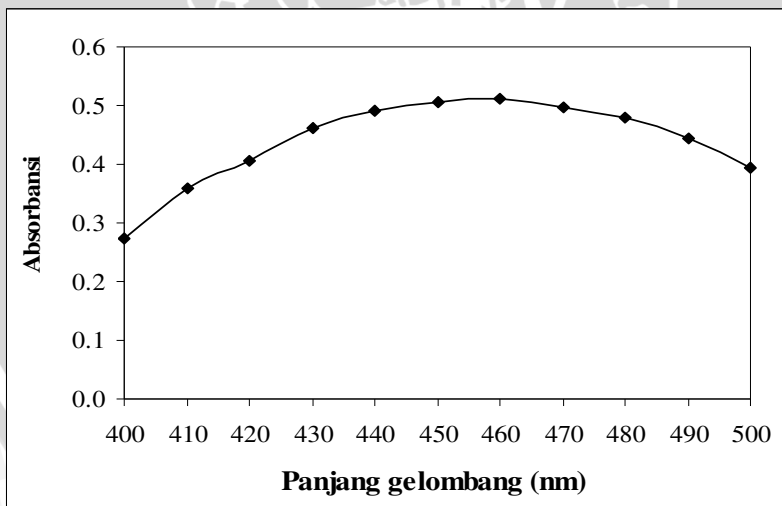
Dituang sebanyak 50 mL etanol dalam beaker gelas 250 mL, kemudian ditambah ±1 gram serbuk Hg(SCN)₂ dan diaduk hingga larut. Sebagian serbuk Hg(SCN)₂ yang tidak dapat larut disaring.

LAMPIRAN 4

PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM Cl^- YANG DIUKUR SEBAGAI ABSORBANSI $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$

Tabel L.4.1 Data Spektrum dari Senyawa $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ pada $\lambda = 400\text{--}500\text{ nm}$

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi			A rata-rata	SD
	A_1	A_2	A_3		
400	0,276	0,272	0,276	0,274	0,002
410	0,362	0,362	0,357	0,360	0,003
420	0,409	0,403	0,403	0,405	0,003
430	0,469	0,462	0,456	0,462	0,006
440	0,495	0,495	0,488	0,493	0,004
450	0,516	0,495	0,509	0,506	0,011
460	0,516	0,509	0,509	0,511	0,004
470	0,509	0,488	0,495	0,497	0,010
480	0,475	0,488	0,475	0,479	0,008
490	0,456	0,438	0,438	0,444	0,011
500	0,393	0,398	0,393	0,394	0,003



Gambar L.4.1 Grafik Spektrum dari Senyawa $2[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ pada $\lambda = 400\text{--}500\text{ nm}$

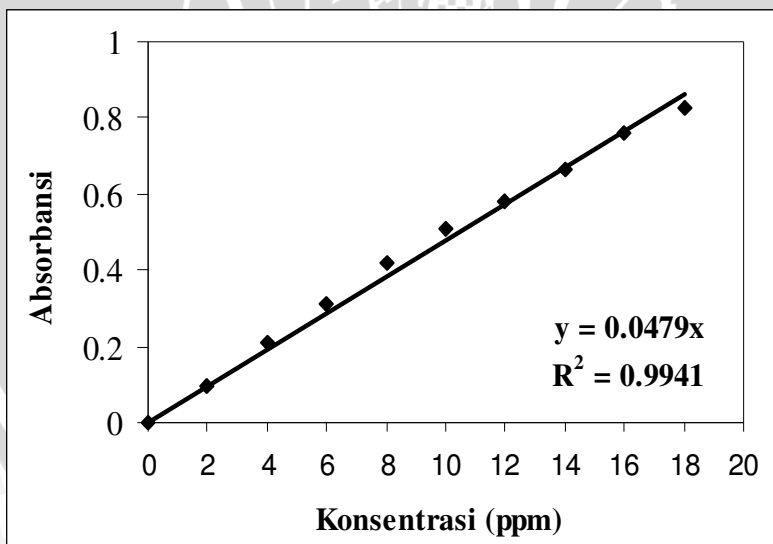
LAMPIRAN 5

PEMBUATAN KURVA BAKU Cl^-

L.5.1 Penentuan Regresi Linier Larutan Standar Cl^-

Tabel L.5.1 Hasil Pengukuran Absorbansi dari Berbagai Konsentrasi Cl^-

Volume (mL)	[Cl] (ppm)	Absorbansi			A rata- rata	SD
		A ₁	A ₂	A ₃		
0	0	0	0	0	0	0,000
0,5	2	0,096	0,096	0,096	0,099	0,000
1	4	0,208	0,208	0,208	0,208	0,000
1,5	6	0,315	0,310	0,310	0,312	0,003
2	8	0,420	0,415	0,415	0,416	0,003
2,5	10	0,516	0,502	0,502	0,506	0,008
3	12	0,577	0,585	0,577	0,580	0,005
3,5	14	0,668	0,668	0,668	0,668	0,000
4	16	0,757	0,757	0,770	0,761	0,007
4,5	18	0,824	0,824	0,824	0,824	0,000



Gambar L.5.1 Kurva Baku Cl^- pada $\lambda_{\text{maks}} = 460 \text{ nm}$

LAMPIRAN 6

PENENTUAN KONSENTRASI Cl^- YANG TERADSORPSI, KAPASITAS ADSORPSI DAN %TERADSORPSI OLEH MINERAL PIROPILIT

Kapasitas adsorpsi piropilit dalam mengikat ion Cl^- dapat dihitung menggunakan rumus (Oscik dan Cooper, 1982):

$$(\text{qc}) = \frac{V (\text{Co} - \text{Cs})}{W}$$

Dengan: Co = konsentrasi klorida awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

Cs = konsentrasi klorida akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$\text{Cs} = X \cdot \text{fp}$ dimana, fp = faktor pengenceran;

X = konsentrasi Cl^- saat pengukuran ppm)

W = berat sampel piropilit (gram)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (liter)

qc = kapasitas adsorpsi piropilit (mg/L)

Untuk mengetahui jumlah ion Cl^- yang teradsorpsi dapat dihitung menggunakan rumus :

$$\% \text{teradsorpsi} = \frac{\text{Co} - \text{Cs}}{\text{Co}} \times 100\%$$

Dimana: Co = konsentrasi Cl^- sebelum teradsorpsi (mg/L)

Cs = konsentrasi Cl^- sesudah teradsorpsi (mg/L)

Contoh perhitungan $[\text{Cl}^-]$ akhir dalam filtrat (Cs):

Diketahui : Volume larutan = 0,1 L

Berat adsorben = 0,2 gram

Konsentrasi Cl^- awal (Co) = 300 ppm

Faktor pengenceran larutan (fp) = $\frac{25 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}} = 10 \text{ mL}$

Persamaan linier kurva baku $y = 0,0479x = ax$

$$\text{Cs} = \frac{A}{a} \times \text{faktor pengenceran}$$

$$= \frac{0,272}{0,0479} \times \frac{25 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}}$$

$$= 56,7 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 [\text{Cl}^-] \text{ yang teradsorpsi} &= C_o - C_s \\
 &= 300 \text{ ppm} - 56,7 \\
 &= 243,3 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kapasitas adsorpsi (q}_c\text{)} &= \frac{V (C_o - C_s)}{W} \\
 &= \frac{0,1 \text{ L} (243,3 \text{ ppm})}{0,2 \text{ gram}} \\
 &= 121,9 \text{ mg/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \% \text{ teradsorpsi} &= \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\% \\
 &= \frac{243,9 \text{ ppm}}{300 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 81,29 \%
 \end{aligned}$$

Dihitung dengan cara yang sama untuk parameter variasi temperatur dan lama kalsinasi pada masing-masing perlakuan $[\text{Cl}^-]$ yang teradsorpsi pada pengulangan kedua dan ketiga, kemudian dicari $[\text{Cl}^-]$ teradsorpsi dan kapasitas adsorpsi rata-ratanya.

LAMPIRAN 7

DATA PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI TERHADAP KAPASITAS ADSORPSI

Tabel L.7.1 Data Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit Terhadap Cl⁻

T (°C)	Absorbansi Cl ⁻			Cl ⁻ sisa dalam filtrat (ppm)			Cl ⁻ teradsorpsi (ppm)			Cl ⁻ teradsorpsi rata-rata		% Teradsorpsi
	A ₁	A ₂	A ₃	C ₁	C ₂	C ₃	C ₀ -C ₁	Co-C ₂	Co-C ₃	(ppm)	q _c (mg/g)	
400	0,272	0,268	0,268	56,7	55,9	55,9	243,3	244,1	244,1	243,9	121,9	81,29
500	0,260	0,260	0,260	54,2	54,2	54,2	245,8	245,8	245,8	245,8	122,9	81,93
600	0,260	0,264	0,260	54,2	55,0	54,2	245,8	245,0	245,8	245,5	122,8	81,84
700	0,264	0,264	0,260	55,0	55,0	54,2	245,0	245,0	245,8	245,2	122,6	81,75
800	0,260	0,264	0,264	54,2	55,0	55,0	245,8	245,0	245,0	245,2	122,6	81,75

Tabel L.7.2 Data Pengaruh Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Adsorpsi Mineral Piropilit Terhadap Cl⁻

t (jam)	Absorbansi Cl ⁻			Cl ⁻ sisa dalam filtrat (ppm)			Cl ⁻ teradsorpsi (ppm)			Cl ⁻ teradsorpsi rata-rata		% Teradsorpsi
	A ₁	A ₂	A ₃	C ₁	C ₂	C ₃	C ₀ -C ₁	Co-C ₂	Co-C ₃	(ppm)	q _c (mg/g)	
3	0,279	0,276	0,276	58,2	57,6	57,6	241,8	242,4	242,4	242,2	121,1	80,74
4	0,272	0,268	0,272	56,7	55,9	56,7	243,3	244,1	243,3	243,6	121,8	81,19
5	0,260	0,260	0,260	54,2	54,2	54,2	245,8	245,8	245,8	245,8	122,9	81,93
6	0,264	0,264	0,260	55,0	55,0	54,2	245,0	245,0	245,8	245,2	122,6	81,75
7	0,260	0,264	0,264	54,2	55,0	55,0	245,8	245,0	245,0	245,5	122,6	81,75

LAMPIRAN 8

UJI STATISTIK PENENTUAN KAPASITAS ADSORPSI

8.1 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Optimum Terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit Menggunakan CI

Tabel L.8.1.1 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi

T (°C)	qc (mg/g)			Total	SD
	qc ₁	qc ₂	qc ₃		
400	121,6	122,1	122,1	365,8	0,197
500	122,9	122,9	122,9	368,7	0,000
600	122,9	122,5	122,9	368,3	0,197
700	122,5	122,5	122,9	367,9	0,197
800	122,9	122,5	122,5	367,9	0,197
Jumlah				1838,5	

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{pxn} = \frac{[1838,5]^2}{15} = 225343,17$$

Tabel L.8.1.2 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Kuadrat Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi

T (°C)	qc ² (mg/g)			Total qc ² (mg/g)
	qc ₁ ²	qc ₂ ²	qc ₃ ²	
400	14798,5	14900,3	14900,3	44599,2
500	15104,9	15104,9	15104,9	45314,6
600	15104,9	15002,4	15104,9	45212,2
700	15002,4	15002,4	15104,9	45109,7
800	15104,9	15002,4	15002,4	45109,7
Jumlah	75115,6	75012,4	75217,3	225345,3

$$\begin{aligned}
 JK \text{ total} &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} - FK \\
 &= 225345,3 - 225343,17 \\
 &= 2,16
 \end{aligned}$$

Tabel L.8.1.3 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Total Kuadrat Piropilit pada Variasi Temperatur Kalsinasi

T (°C)	qc (mg/g)			Total	(Total qc) ²
	qc ₁	qc ₂	qc ₃		
400	121,6	122,1	122,1	365,8	133797,
500	122,9	122,9	122,9	368,7	135943,8
600	122,9	122,5	122,9	368,3	135636,1
700	122,5	122,5	122,9	367,9	135328,8
800	122,9	122,5	122,5	367,9	135328,8
Jumlah				2115,8664	676034,6

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - \text{FK} \\
 &= \frac{676034,6}{3} - 225343,17 \\
 &= 1,70
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 2,16 - 1,70 \\
 &= 0,46
 \end{aligned}$$

Analisis Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned}
 (\text{KT}_p) &= \frac{\text{JK perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \\
 &= \frac{1,70}{4} = 0,42
 \end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned}
 (\text{KT}_{\text{GP}}) &= \frac{\text{JK galatpercobaan}}{dB \text{ galatpercobaan}} \\
 &= \frac{0,46}{10} = 0,05
 \end{aligned}$$

c. Menghitung Nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{\text{KT perlakuan}}{\text{KT galatpercobaan}} = \frac{0,46}{0,05} = 9,13$$

Tabel L.8.1.4 Analisis Sidik Ragam Satu Arah (Temperatur Kalsinasi)

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F _{tabel}
Perlakuan	4	225343,17	0,42	9,13	5,99
Galat	10	0,46	0,05		
Total	14	2,16			

Pada metode Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan ini dapat dilakukan pada $F_{hitung} > F_{tabel}$ atau $F_{hitung} < F_{tabel}$.

Dalam penelitian ini diperoleh $F_{hitung} > F_{tabel}$ pada taraf nyata 5% atau $F_{hitung} (9,13) > F_{tabel} (5,99) \rightarrow$ maka H_0 ditolak yang artinya ada perbedaan yang sangat nyata antar perlakuan, sehingga dapat disimpulkan bahwa perlakuan variasi temperatur kalsinasi dapat mempengaruhi nilai kapasitas adsorpsi. Dilakukan Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh tiap antar perlakuan untuk menentukan temperatur kalsinasi optimumnya.

$$LSR = SSR \times s.e$$

$$s.e = \sqrt{\frac{KTG}{n}} = \sqrt{\frac{0,05}{3}} = 0,13$$

Tabel L.8.1.5 Uji Jarak Berganda Duncan (Temperatur Kalsinasi)

T (°C)	qc (mg/g) rata-rata (X)	Beda qc (mg/g)				P	SSR	LSR
		(X-400)	(X-700)	(X-800)	(X-600)			
500	122,9	1*	0,3	0,3	0,1	5	3,37	0,44
600	122,6	0,9*	0,2	0,2		4	3,31	0,43
800	122,6	0,7*	0			3	3,22	0,42
700	121,8	0,7*				2	3,08	0,40
400	121,1					1		

Keterangan: (*) berbeda nyata pada taraf 5%

Nilai SSR yang paling besar menunjukkan nilai optimum yaitu terletak pada temperatur kalsinasi 500°C.

8.2 Pengaruh Lama Kalsinasi Optimum Terhadap Kapasitas Adsorpsi Piropilit Menggunakan CI

Tabel L.8.2.1 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi

t (jam)	qc (mg/g)			Total	SD
	qc ₁	qc ₂	qc ₃		
3	120,9	121,2	121,2	363,3	0,193
4	121,7	122,1	121,6	365,4	0,241
5	122,9	122,9	122,9	368,7	0,000
6	122,5	122,5	122,9	367,9	0,241
7	122,9	122,5	122,5	367,9	0,241
Jumlah				1833,1	

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{pxn} = \frac{[1833,1]^2}{15} = 224027,30$$

Tabel L.8.2.2 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Kuadrat Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi

t (jam)	qc ² (mg/g)			Total qc ² (mg/g)
	qc ₁ ²	qc ₂ ²	qc ₃ ²	
3	14613,7	14694,6	14694,6	44002,9
4	14798,5	14900,3	14798,5	44497,4
5	15104,9	15104,9	15104,9	45314,6
6	15002,4	15002,4	15104,9	45109,7
7	15104,9	15002,4	15002,4	45109,7
Jumlah	74624,4	74704,6	74705,3	224034,3

$$\begin{aligned}
 JK \text{ total} &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} - FK \\
 &= 224034,3 - 224027,30 \\
 &= 7,05
 \end{aligned}$$

Tabel L.8.2.3 Hasil Penentuan Kapasitas Adsorpsi Total Kuadrat Piropilit pada Variasi Lama Kalsinasi

t (jam)	qc (mg/g)			Total	(Total qc) ²
	qc ₁	qc ₂	qc ₃		
3	120,9	121,2	121,2	363,3	44002,9
4	121,6	122,1	121,6	365,4	44497,4
5	122,9	122,9	122,9	368,7	45314,6
6	122,5	122,5	122,9	367,9	45109,7
7	122,9	122,5	122,5	367,9	45109,7
Jumlah				1833,1	224034,3

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[\sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - \text{FK} \\
 &= \frac{224034,3}{3} - 224027,30 \\
 &= 6,63
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 7,05 - 6,63 \\
 &= 0,42
 \end{aligned}$$

Analisis Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned}
 (KT_p) &= \frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \\
 &= \frac{6,63}{4} = 1,66
 \end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned}
 (KT_{GP}) &= \frac{JK \text{ galatpercobaan}}{dB \text{ galatpercobaan}} \\
 &= \frac{0,42}{10} = 0,04
 \end{aligned}$$

c. Menghitung Nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galatpercobaan}} = \frac{1,66}{0,04} = 39,15$$

Tabel L.8.2.4 Analisis Sidik Ragam Satu Arah (lama kalsinasi)

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F _{tabel}
Perlakuan	4	224027,30	1,66	39,15	5,99
Galat	10	0,42	0,04		
Total	14	7,05			

Pada metode Uji Jarak Berganda Duncan (UJBD) atau Uji Jarak Duncan ini dapat dilakukan pada $F_{hitung} > F_{tabel}$ atau $F_{hitung} < F_{tabel}$.

Dalam penelitian ini diperoleh $F_{hitung} > F_{tabel}$ pada taraf nyata 5% atau $F_{hitung}(39,15) > F_{tabel}(5,99) \rightarrow$ maka H_0 ditolak yang artinya ada perbedaan yang sangat nyata antar perlakuan, sehingga dapat disimpulkan bahwa perlakuan variasi lama kalsinasi dapat mempengaruhi nilai kapasitas adsorpsi. Dilakukan Uji Jarak Duncan pada taraf 5% untuk mengetahui bagaimana pengaruh tiap antar perlakuan untuk menentukan lama kalsinasi optimumnya.

$$LSR = SSR \times s.e$$

$$s.e = \sqrt{\frac{KTG}{n}} = \sqrt{\frac{0,04}{3}} = 0,11$$

Tabel L.8.2.5 Uji Jarak Berganda Duncan (Lama Kalsinasi)

t (jam)	qc (mg/g) rata-rata (X)	Beda qc (mg/g)				P	SSR	LSR
		(X-3)	(X-4)	(X-6)	(X-7)			
5	122,9	1,8*	1,1*	0,3	0,3	5	3,37	0,37
7	122,6	1,5*	0,8*	0		4	3,31	0,36
6	122,6	1,5*	0,8*			3	3,22	0,35
4	121,8	0,7*				2	3,08	0,34
3	121,1					1		

Keterangan: (*) berbeda nyata pada taraf 5%

Nilai SSR yang paling besar menunjukkan nilai optimum yaitu terletak pada lama kalsinasi selama 5 jam.

LAMPIRAN 9

TABEL HASIL ANALISIS BET

Tabel L.9.1 Data Luas Permukaan Spesifik Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

Multi BET (Adsorption)		BET Transform (1/(W[P ₀ /P - 1]))
P/P ₀		
0.048024		69.896499
0.102156		123.266612
0.148859		166.580120
0.198473		213.313549
0.247992		259.802975
Slope	=	947.015328
Intercept	=	25.371208
Correlation Coefficient	=	0.999944
BET C	=	38.326379
Surface Area	=	1.969776 sq m
Specific Surface Area	=	3.581412 sq m/g

Tabel L.9.2 Data Volume Pori Total dan Jari-jari Pori Rata-rata Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Kalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

Pore Radius (Ang)	DVR (Adsorption)	
	Pore Area (sq m/Å.g e-03)	Pore Volume (cc/Å.g e-03)
444.610252	0.063259	0.001406
166.501262	0.951650	0.007923
104.867268	4.233633	0.022198
76.602489	8.753571	0.033535
58.878002	24.457843	0.072031
48.626277	42.088546	0.102330
42.200360	65.001070	0.137153
36.282209	109.598011	0.198823
32.188993	135.831212	0.218613
28.898807	204.117327	0.294937
26.038234	285.503672	0.371701
23.743234	379.520181	0.450552
21.724875	446.517929	0.485027
20.069374	618.494356	0.620640
Total Pore Volume is 9.860583 e-03 cc/g for all pores less than 653.959904 Angstrom.		
Average pore radius is 55.065342 Angstrom.		

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

