

**PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI
PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN
TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI ION KLORIDA**

SKRIPSI

oleh :

**VIKA HAMUDIANA RINTASARI
0410923046-92**



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

**PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI
PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN
TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI ION KLORIDA**

SKRIPSI

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

oleh :

VIKA HAMUDIANA RINTASARI
0410923046-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI ION KLORIDA

oleh
VIKA HAMUDIANA RINTASARI
0410923046- 92

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

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

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 : Vika Hamudiana Rintasari

NIM : 0410923046-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi Piropilit Alam
Nawangan Pacitan Terhadap Kemampuan Adsorpsi Ion
Klorida**

Dengan ini menyatakan bahwa :

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran,

**Malang, 2008
Yang menyatakan.**

**(Vika Hamudiana Rintasari)
NIM. 0410923046-92**

PENGARUH TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI ION KLORIDA

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi ion klorida. Ion klorida sisa dalam filtrat ditentukan dengan metode merkuri(II)tiosianat yang akan digunakan untuk menghitung kemampuan adsorpsi dan didukung oleh data karakterisasi menggunakan metode spektrofotometri inframerah dan *Surface Area Analyzer* (SAA). Pengaruh temperatur dan lama kalsinasi ditentukan dengan cara mengkalsinasi sampel piropilit yang berukuran (0,13-0,11) mm pada temperatur 400°C, 500°C, 600°C, 700°C dan 800°C selama 5 jam serta mengkalsinasi piropilit yang mempunyai nilai kemampuan adsorpsi optimum dan temperatur optimum dengan lama kalsinasi 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam dan 7 jam. Nilai kemampuan adsorpsi optimum piropilit dicapai pada temperatur 500°C selama 5 jam sebesar 80,81% dengan nilai kemampuan adsorpsi sebesar 121,2 mg/g, mengalami kenaikan sebesar 4,71% jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi, sehingga dapat dikatakan piropilit merupakan adsorben yang baik untuk ion klorida. Berdasarkan uji statistik menunjukkan bahwa setiap pengaruh temperatur dan lama kalsinasi memberikan nilai kemampuan adsorpsi yang berbeda nyata dengan tingkat kesalahan 5%. Proses dehidroksilasi pada piropilit dideteksi dengan melemahnya spektra OH⁻ secara spektrofotometri inframerah pada bilangan gelombang 3399,3 cm⁻¹ dan munculnya CO₂ pada bilangan gelombang 2322,1 cm⁻¹. Hasil analisis dengan menggunakan metode BET diperoleh luas permukaan spesifik piropilit teraktivasi sebesar 3,9 m²/g, volume pori total sebesar 6,2.10⁻³ cm³/g dan jari-jari pori sebesar 31,3 Å.

Kata kunci : *piropilit, kemampuan adsorpsi, kalsinasi*

THE EFFECTS OF TEMPERATURE AND CALCINATION DURATION OF NAWANGAN PACITAN'S PYROPHYLLITE TOWARD ADSORPTION ABILITY OF CLORIDE

ABSTRACT

The effects of temperature and calcination duration of pyrophyllite Nawangan's of Pacitan toward adsorption ability of chloride had been conducted. Chloride in filtrate was determined using mercuric(II)thiocyanate to calculate adsorption ability and the calcinated pyrophyllite was characterized by Infrared Spectrophotometric and Surface Area Analyzing measurements. The effects of temperature and calcination duration were investigated by calcinating pyrophyllite sizes of (0.13-0.11) mm at 400°C, 500°C, 600°C, 700°C and 800°C for 5 hours. The obtained optimum temperature was then used for calcinating pyrophyllite for 3 to 7 hours. The result showed that optimum adsorption was obtained under temperature calcination 500°C for 5 hours, i.e 80.81% with value adsorption ability of 121.2 mg/g, which was 4.71% higher compared to the uncalcination pyrophyllite. Under this condition the chloride adsorpted was 80.81% and this could be said that pyrophyllite was good adsorbent for chloride. Statistical analysis showed that each temperature and duration calcination were significantly different at 5% error. Dehydroxylation process during calcination was detected by weakening of OH spectra on 3399.3 cm^{-1} and appearance of CO_2 on 2322.1 cm^{-1} . Analysis using BET methods resulted specific surface area, total pore volume, and pore radius of calcination pyrophyllite values of $3.9\text{ m}^2/\text{g}$, $6.2 \times 10^{-3}\text{ cm}^3/\text{g}$ and $31.3\text{\AA}$, respectively.

Key Word: *pyrophyllite, adsorption ability, calcination*

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 kita Muhammad SAW beserta seluruh umatnya. Skripsi yang berjudul ***“Pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi ion klorida ”*** 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. Drs. Warsito, MS. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
3. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
4. Dra. Anna R, M.App.Sc, Dr. Hermin Sulistyarti, Ir. Bambang Ismuyanto, MS dan Dr. Soebiantoro,Apt., M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan saran kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini
5. Bapak, Ibu dan adik tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama kuliah
6. Keluarga di Caruban, teman-teman Kimia 2004 dan klaibo terima kasih atas semangat, dukungan, dan do'anya.

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, Agustus 2008

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Mineral Piropilit Alam Nawangan	4
2.2 Klorida	5
2.3 Pengaktifan Mineral Piropilit	6
2.4 Adsorpsi	7
2.5 Kapasitas Adsorpsi	10
2.6 Penentuan CI dengan metode merkuri(II)tiosianat secara spektrofotometri sinar tampak	11
2.7 Spektrofotometri Inframerah	12
2.8 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, dan Ukuran Pori Menggunakan Metode BET	12
2.8.1 Perhitungan Luas Permukaan Asorben	12
2.8.2 Penentuan Volume Pori Total	14
2.8.3 Penentuan Jari-jari Pori Rata-Rata	14
2.9 Hipotesis	15
BAB III METODOLOGI	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	16

3.2 Bahan Penelitian	16
3.3 Alat Penelitian	16
3.4 Tahapan Penelitian	16
3.5 Cara Kerja Penelitian	
3.5.1 Preparasi Piropilit	17
3.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$	17
3.5.3 Pembuatan Kurva Baku Cl^-	17
3.5.4 Penentuan Konsentrasi Cl^- Sisa dalam Filtrat Menggunakan Metode Merkuri(II)tiosianat	18
3.5.5 Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- Pada Piropilit Hasil Preparasi	18
3.5.6 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	18
3.5.7 Pengaruh Lama Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	19
3.5.8 Analisis Gugus Fungsi Piropilit dengan Spektrofotometri Inframerah	19
3.5.9 Penentuan Volume Pori, Diameter Rata-Rata Pori, dan Luas Permukaan Spesifik Padatan Menggunakan Metode BET	19
3.6 Analisis Data	20

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Piropilit	23
4.2 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Larutan Cl^- 300 ppm	23
4.3 Pengaruh Lama Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Larutan Cl^- 300 ppm	26
4.4 Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi Optimum Terhadap Luas permukaan spesifik, Volume pori, dan Jari-jari pori rata-rata Piropilit alam Nawangan Pacitan	30

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan	33
5.2 Saran	33

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Mineral Piropilit	4
Gambar 2.2 Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan	5
Gambar 4.2.1 Grafik Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	24
Gambar 4.3.1 Grafik Pengaruh Lama Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	27
Gambar 4.3.2 Spektra Inframerah Piropilit Tanpa Kalsinasi	29
Gambar 4.3.3 Spektra Inframerah Piropilit Disertai Kalsinasi	29
Gambar L.4.1 Grafik Penentuan Panjang Gelombang Maksimum $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$	48
Gambar L.4.2 Grafik Kurva Baku Cl^-	49



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.4.1 Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh	9
Tabel 2.4.1 Konversi satuan ukuran partikel menurut BSS mesh	10
Tabel 3.6.1 Analisis Data	20
Tabel 3.6.2 Analisis Sidik Ragam Satu Arah	21
Tabel 4.2.1 Data Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	24
Tabel 4.3.1 Data Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-	27
Tabel 4.3.2 Data Spektra Inframerah Piropilit Alam Nawangan Pacitan Tanpa Kalsinasi dan Disertai Kalsinasi Pada temperatur 500°C selama 5 jam	28
Tabel 4.4.1 Data Perbedaan Luas Permukaan, Volume Pori, Dan Jari-Jari Pori Rata-Rata Pada Piropilit Alam Nawangan Pacitan Tanpa Kalsinasi dan Disertai Kalsinasi	31
Tabel L.4.1 Hasil Pengamatan Absorbansi Pada Berbagai Panjang Gelombang	48
Tabel L.4.2 Hasil Pengamatan Serapan Dari Berbagai Konsentrasi Cl^-	49
Tabel L.5.1 Data Hasil Pengamatan Absorbansi, Konsentrasi Akhir Larutan Cl^- dan Kemampuan Adsorpsi Dalam Berbagai Variasi Temperatur Kalsinasi	50
Tabel L.5.1 Data Hasil Pengamatan Absorbansi, Konsentrasi Akhir Larutan Cl^- dan Kemampuan Adsorpsi Dalam Berbagai Variasi Lama Kalsinasi	51
Tabel L.6.1.1 Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi Temperatur Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm	53

Tabel L.6.1.2	Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi Temperatur Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm	54
Tabel L.6.1.3	Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi Temperatur Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm.....	54
Tabel L.6.1.4	Analisis Ragam	55
Tabel L.6.1.4	Uji Duncan	56
Tabel L.6.2.1	Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi lama Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm	57
Tabel L.6.2.2	Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi lama Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm	57
Tabel L.6.2.3	Uji Statistik Hasil Penentuan Kemampuan Adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi lama Kalsinasi Piropilit setelah kontak dengan Larutan Cl^- 300 ppm	58
Tabel L.6.1.4	Analisis Ragam	59
Tabel L.6.1.4	Uji Duncan	60
Tabel L.7.1	Data Luas Permukaan Spesifik Piropilit Alam Nawangan Pacitan Setelah Dikalsinasi pada Temperatur 500°C Selama 5 jam	61
Tabel L.7.2	Data Volume Pori dan Jari-Jari Pori Rata-Rata Piropilit Alam Nawangan Pacitan Setelah Dikalsinasi pada Temperatur 500°C Selama 5 jam.....	62

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan	38
Lampiran 2 Tahapan Penelitian.....	42
Lampiran 3 Skema Kerja.....	43
Lampiran 4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum [Fe(SCN)] ²⁺ dan Pembuatan Kurva Baku Cl ⁻	48
Lampiran 5 Penentuan Temperatur dan Lama Kalsinasi Optimum Piropilit.....	50
Lampiran 6 Uji Statistik Penentuan Temperatur dan Lama Kalsinasi Optimum	53
Lampiran 7 Tabel BET	61



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berdasarkan pemetaan yang dilakukan oleh Dinas Pertambangan Provinsi Jawa Timur menunjukkan 37 Ha areal sebaran piropilit di Kabupaten Pacitan siap dieksplorasi (Denny, 2007). Salah satunya berada di Kecamatan Nawangan Kabupaten Pacitan. Piropilit mempunyai rumus kimia $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ merupakan mineral dengan struktur dioktahedral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yaitu mineral Gibbsite $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral pada lapisan silikatnya. Piropilit dengan pemanasan pada suhu sampai 800°C hanya kehilangan komponen airnya tanpa mengalami perubahan kisi-kisinya, sehingga piropilit juga berpotensi sebagai produk refraktori dan penting untuk beberapa aplikasi di bidang industri terutama pada pembuatan keramik, gelas, adsorben, dan katalis (Bearat dkk, 2002).

Berdasarkan susunan kimia mineral piropilit ini maka dapat diperkirakan piropilit dapat digunakan sebagai adsorben. Beberapa penelitian tentang upaya peningkatan piropilit sebagai adsorben telah dilakukan. Menurut hasil penelitian yang dilakukan oleh Saxena dkk (2001) piropilit dapat digunakan untuk mengadsorpsi sianida. Pada berat adsorben 0,2 gram dapat mengadsorpsi 99% sianida dengan konsentrasi 1 ppm dan 2 ppm. Selain itu, Keren dkk (1994) telah berhasil melakukan penelitian tentang pemanfaatan piropilit sebagai adsorben untuk mengadsorpsi borat. Pada penelitian ini digunakan ion klorida sebagai adsorbat. Hal ini dikarenakan ion klorida banyak terdapat diperairan. Kandungan ion klorida dalam perairan, menurut WHO ditoleransi sampai ambang batas 200 ppm dan dapat menyebabkan korosi di atas konsentrasi 300 ppm (ISO 9224). Ion klorida di dalam air biasa terdapat dalam bentuk garamnya. Kelebihan garam-garam klorida di perairan dapat menyebabkan penurunan kualitas air yang disebabkan oleh besarnya salinitas (Yunasfi, 2002). Mengingat adanya dampak negatif yang ditimbulkan dari ion klorida tersebut maka perlu dilakukan upaya penanganannya salah satunya dengan cara adsorpsi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Nindya (2006) mineral piropilit alam Nawangan termasuk dalam mineral mesopori dengan jari-jari

pori sebesar $21,7\text{\AA}$ sehingga diharapkan mampu untuk mengadsorpsi ion klorida yang mempunyai jari-jari lebih kecil daripada jari-jari pori piropilit (Ukuran jari-jari ion klorida $1,8\text{\AA}$ (Huheey dkk, 1993)). Upaya peningkatan prospek mineral piropilit sebagai adsorben klorida dapat ditingkatkan dengan cara aktivasi. Aktivasi merupakan suatu cara untuk mengaktifkan sisi-sisi aktif pada permukaan suatu padatan. Aktivasi dapat dilakukan dengan dua jalan yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi secara fisika dapat dilakukan dengan cara pemanasan atau proses kalsinasi pada temperatur di bawah titik lelehnya (Sax dan Lewis, 1987). Proses kalsinasi ini dimaksudkan untuk untuk menghilangkan impuritis yang menyertai mineral piropilit sehingga diharapkan mampu meningkatkan luas permukaan, jari-jari pori dan volume pori. Selain itu, juga diharapkan untuk menghilangkan air kristal yang terperangkap di dalam struktur piropilit.

Berdasarkan latar belakang tersebut maka perlu dilakukan penelitian tentang pengaruh temperatur dan lama waktu kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi ion klorida.

1.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi ion klorida ?
2. Bagaimana pengaruh temperatur dan lama kalsinasi terhadap karakter mineral piropilit alam Nawangan Pacitan pada kondisi optimum yang meliputi luas permukaan spesifik, volume pori total, dan jari-jari pori rata-rata ?

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mineral piropilit yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari Desa Gondang, Kecamatan Nawangan Kabupaten Pacitan Jawa Timur.
2. Ukuran partikel yang digunakan adalah (0,13-0,11) mm dan variasi lama kalsinasi yang digunakan adalah 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam dan 7 jam sedangkan variasi temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C.
3. Karakter yang dipelajari meliputi luas permukaan spesifik, ukuran pori, volume pori dan jari-jari pori dengan menggunakan metode BET serta adanya proses dehidroksilasi dengan menggunakan Spektrofotometri Inframerah. Karakterisasi dilakukan pada kondisi optimum.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian tentang pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- bertujuan untuk:

1. Mengetahui pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan sebagai adsorben Cl^-
2. Mengetahui pengaruh temperatur dan lama kalsinasi terhadap perubahan karakter mineral piropilit alam Nawangan Pacitan

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini, diharapkan mampu untuk memberikan informasi tentang berapa banyak piropilit mampu mengadsorbsi Cl^- sehingga dapat meningkatkan penggunaan piropilit dalam aplikasinya untuk mengurangi kandungan ion klorida diperairan.

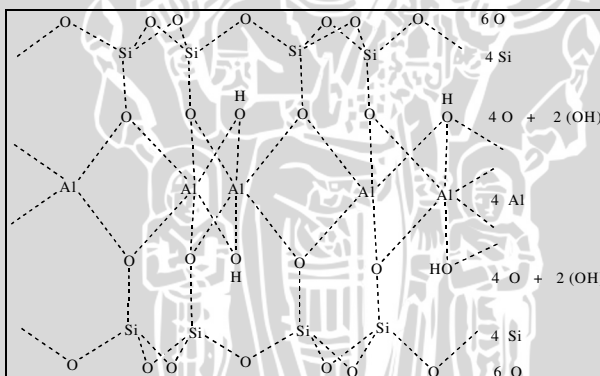
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Mineral Piropilit Alam Nawangan

Piropilit mempunyai rumus kimia $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ (Aluminium Silikat Hidroksida), termasuk dalam kelas silikat, subklas pilosilikat dan grup *caly* dengan struktur berbentuk lembaran seperti sandwich (Sainz-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 ini mempunyai struktur sebagai berikut :

tetrahedral	Si_2O_3
oktahedral	$\text{Al}_2\text{O}_4(\text{OH})_2$
<u>tetrahedral</u>	<u>Si_2O_3</u>
total	$\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$



Gambar 2.1 Struktur S-G-S mineral piropilit (Deer dkk, 1992)

Gambar 2.1 menunjukkan struktur mineral piropilit yang terbentuk dari tumpukan lapisan silikat (S) yang tersusun dari SiO_4 yang bergeometri tetrahedral. Pada piropilit lapisan silikat satu tidak langsung terhubung dengan lapisan silikat di bawahnya tetapi diantara lapisan silikat tersebut terdapat lapisan gipsit (G) $\text{Al}(\text{OH})_3$. Keseluruhan struktur piropilit dapat digambarkan sebagai S-G-S (Sainz-Diaz dkk, 2000).

Piropilit merupakan mineral yang isomorf dengan mineral *talc* yaitu mempunyai sifat-sifat fisika yang sama dengan *talc* diantaranya berwarna putih keabu-abuan, massa jenis $2,65-2,85 \text{ g/cm}^3$, 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).

Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Nindya (2006) komposisi kimiawi dari mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terdiri dari SiO_2 sebesar 93,87%; Al_2O_3 sebesar 4,63%; MgO sebesar 13,67 ppm; CaO 13,67 ppm; K_2O 106,67 ppm; Na_2O 22,33 ppm; dan Fe_2O_3 153,33 ppm dalam 100 gram sampel piropilit. Mineral piropilit alam Nawangan Pacitan ini berbentuk padatan kristalin dan diperkirakan mempunyai sistem kristal triklinik dengan total kadar komposisi kimiawi sebesar 98,54% (b/b) serta mengandung mineral kuarsa (SiO_2), dan hematit (Fe_2O_3). Mineral piropilit alam Nawangan Pacitan tercantum pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Mineral piropilit alam Nawangan Pacitan

Menurut perhitungan dari penelitian Nindya (2006) menggunakan metode BET didapatkan luas permukaan spesifik sebesar $8,1 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori total sebesar $8,8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$ dan jari-jari rata-rata pori sebesar $21,7 \text{ \AA}$, dan analisis menggunakan spektrofotometri inframerah menunjukkan adanya 2 gugus fungsional OH yang spesifik untuk piropilit pada bilangan gelombang $3647,7 \text{ cm}^{-1}$ dan $3628,4 \text{ cm}^{-1}$.

2.2 Klorida

Pada penelitian ini digunakan klorida yang berasal dari natrium klorida. Natrium klorida berupa kristal transparan atau

kristal putih, bersifat higroskopis, mempunyai titik leleh 801°C, larut di dalam air, terdapat pada air laut, dan digunakan sebagai sabun, di dalam bidang kimia (sebagai natrium hidroksida, asam klorida, klorida, dan sebagainya), sebagai peregenerasi resin penukar ion dan digunakan pada bidang fotografi (Sax dan Lewis, 1987).

Klorida diperoleh melalui elektrolisis air laut dengan menggunakan anoda air raksa (Cotton dan Wilkonson, 1989). Ukuran ion Cl^- adalah 1,8 Å (Huheey dkk, 1993).

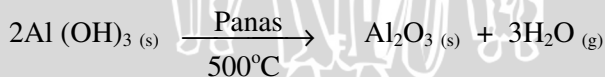
2.3 Pengaktifan Mineral Piropilit

Aktivasi piropilit dapat dilakukan secara kimia ataupun fisik. Aktivasi piropilit dengan cara kimia dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam atau basa. Aktivasi secara kimia ini dimaksudkan agar ion-ion yang ada didalam rongga mineral dapat digantikan oleh ion H^+ atau OH^- . Sedangkan aktivasi piropilit dengan cara fisika dapat dilakukan dengan kalsinasi (Mutrofin dkk, 2007).

Kalsinasi merupakan salah satu cara aktivasi fisika. Kalsinasi adalah proses pemanasan suatu padatan pada temperatur dibawah titik lelehnya yang menyebabkan terjadinya perubahan keadaan akibat dekomposisi termal atau terjadi perubahan fasa transisi. Jenis transisi yang termasuk kalsinasi diantaranya (Sax dan Lewis, 1987):

1. Disosiasi secara termal
2. Transisi fasa polimorf
3. Rekristalisasi secara termal

Kalsinasi mengandung pengertian sebagai proses disosiasi dari suatu padatan lain dan suatu gas dengan cara pemanasan. Contohnya adalah disosiasi padatan aluminium hidroksida menjadi padatan aluminium oksida dan uap air (Van Vlack, 1982).



Tujuan dari proses kalsinasi ini adalah untuk menguapkan air kristal yang terperangkap dalam pori-pori kristal piropilit dan juga untuk menghilangkan pengotor K_2O (mempunyai titik leleh 350°C), sehingga jumlah pori-pori dan luas permukaan spesifiknya dapat bertambah (Dorfner, 1991).

Menurut 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 CO₂ (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dalam kisi-kisi piropilit selama proses dehidroksilasi berlangsung (lepasnya molekul air kristal yang dimulai dengan pemanasan di atas temperatur 450°C). Naiknya temperatur kalsinasi menyebabkan intensitas CO₂ berkurang karena sebagian molekul CO₂ akan berubah menjadi molekul CO dan tidak menutup kemungkinan bisa juga terbentuk molekul karbonat (CO₃²⁻).

2.4 Adsorpsi

Adsorpsi adalah gejala tertariknya molekul lain yang terjadi di permukaan fasa yang berbatasan (Oscik dan Copper, 1982). Ada dua macam adsorpsi yaitu (Oscik dan Copper, 1982):

1. Adsorpsi Fisik (Fisisorpsi)
2. Adsorpsi Kimia (Kemisorpsi)

Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dengan adsorbat pada permukaan karena adanya gaya van der Waals (Oscik dan Copper, 1982). Antaraksi van der Waals mempunyai jarak jauh, tetapi lemah. Pada adsorpsi fisik adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga dapat bergerak ke bagian permukaan adsorben yang lain. Adsorpsi fisika berlangsung cepat, reversibel dengan panas adsorpsi yang kecil, kira-kira 5-10 kkal/mol (Parker, 1984).

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang melibatkan interaksi yang lebih kuat antara adsorbat dengan adsorben sehingga adsorbat tidak bebas bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian lain. Adsorpsi kimia ini tidak reversibel (Parker, 1984). Adsorpsi kimia ini terjadi dalam bentuk reaksi kimia membutuhkan energi yang lebih besar dari pada energi yang dibutuhkan untuk melakukan adsorpsi fisika.

Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi antara lain :

1. Lama pengocokan

Lama pengocokan yang cukup tinggi diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi. Jika fase cairan yang berisi adsorben diam maka difusi adsorbat pada permukaan adsorben akan lambat tahap ini sangat penting untuk menentukan kecepatan adsorpsi sehingga perlu dilakukan pengocokan untuk mempercepat proses

adsorpsi. Pada saat kesetimbangan proses adsorpsi cenderung tetap (Sawyer dan McCarty, 1987).

2. Luas permukaan adsorben

Luas permukaan adsorben dapat dinyatakan sebagai luas persatuan massa adsorben (m^2/g). Luas permukaan adsorben akan berpengaruh untuk tersedianya tempat adsorpsi. Adsorpsi merupakan suatu peristiwa penyerapan yang terjadi dipermukaan sehingga besarnya adsorpsi sebanding dengan luas permukaan spesifik, yaitu bagian luas permukaan total yang tersedia untuk adsorpsi. Makin besar luas permukaan maka makin besar pula adsorpsi terjadi dan semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak adsorbat yang terserap (Weber, 1972).

3. Temperatur

Reaksi terjadi pada adsorpsi biasanya adalah reaksi eksotermis, sehingga jumlah adsorpsi akan bertambah dengan berkurangnya temperatur dengan kata lain adsorpsi akan optimal pada temperatur yang rendah (Weber, 1972).

4. Konsentrasi adsorbat

Pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu sisi aktif yang sebanding dengan luas permukaan adsorben. Pada saat sisi aktif adsorben belum jenuh oleh adsorbat, peningkatan konsentrasi adsorbat akan meningkatkan jumlah adsorbat yang teradsorpsi (Oscik dan Copper, 1982). Adsorpsi akan tetap jika terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan (Sawyer dan McCarty, 1987).

5. pH

pH larutan dapat mempengaruhi jumlah adsorpsi karena pH menentukan derajat disosiasi adsorbat. Selain itu, pH juga mempengaruhi muatan pada permukaan adsorben. Pada pH rendah adsorpsi diabaikan, kenaikan pH yang kecil antara 1-2 satuan pH menyebabkan adsorpsi naik 1-100% (Sawyer dan McCarty, 1987).

6. Jenis dan sifat adsorben

Adsorben polar cenderung menyerap adsorbat polar. Sifat adsorben yang berpengaruh adalah kemurnian adsorben dan

luas permukaannya. Padatan anorganik cenderung menyerap zat elektrolit (Tan, 1991).

7. Sifat adsorbat

Apabila kelarutan zat terlarut terlalu besar maka ikatan zat terlarut dengan pelarut lebih kuat sehingga dapat menyebabkan jumlah yang terserap lebih kecil karena pada proses adsorpsi diperlukan energi yang besar untuk memecah ikatan antara zat terlarut dengan pelarut (Hassler, 1963).

Zat yang diserap disebut adsorbat dan zat yang menyerap disebut adsorben. Peristiwa adsorpsi disebabkan oleh gaya tarik molekul-molekul dipermukaan adsorben (Sukardjo, 1990). Adsorben adalah zat yang mempunyai sifat mengikat molekul pada permukaannya dan sifat ini menonjol pada padatan berpori. Syarat yang harus dipenuhi oleh adsorben antara lain mempunyai luas permukaan yang besar, mempunyai pori dan tidak bereaksi dengan adsorbat (Bernasconi, 1995).

Butiran adsorben pada umumnya dinyatakan dalam satuan ukuran partikel yang biasanya dalam bentuk mesh. Satuan ini dapat dikonversikan menurut satuan Amerika (US mesh) atau Inggris (BSS mesh) (Dorfner, 1991).

- US mesh

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

Tabel 2.4.1 Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh

US mesh	Diameter partikel (mm)
16 – 20	1,2 – 0,85
20 – 50	0,85 – 0,29
50 – 100	0,29 – 0,15
100 – 200	0,15 – 0,08
200 – 400	0,08 – 0,04

- BSS mesh

$$\text{BSS mesh} : \frac{12,2 - 15,5}{\text{BSS mesh}} = \text{diameter partikel (mm)}$$

Tabel 2.4.2 Konversi satuan ukuran partikel menurut BSS mesh

BSS mesh	Diameter partikel (mm)
10	1,5
20	0,735
30	0,485
40	0,360
50	0,286
60	0,235
70	0,200
80	0,173
90	0,155
100	0,136
120	0,125
140	0,093
160	0,079
180	0,069
200	0,061

2.5 Kapasitas Adsorpsi

Menurut Oscik dan Copper (1982) metode pengukuran adsorpsi didasarkan pada perbedaan antara konsentrasi komponen larutan sebelum proses adsorpsi dan konsentrasi larutan pada saat kesetimbangan dengan adsorben. Jika volume adsorbat dinyatakan dalam (L), sedangkan C_0 dan C_s merupakan konsentrasi Cl^- sebelum teradsorpsi (mg/L) dan konsentrasi Cl^- sesudah teradsorpsi (mg/L)

dan m merupakan berat adsorben (gram). Maka kapasitas adsorpsi (q_c) dinyatakan dalam (mg/g) dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$q_c = \frac{V(C_o - C_s)}{m} \quad (2.1)$$

Jumlah ion Cl^- yang teradsorpsi dapat dihitung menggunakan rumus (Hendri dkk, 2007) :

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

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

2.6 Penentuan Cl^- dengan Metode Merkuri(II)tiosianat Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Metode merkuri tiosianat dapat digunakan untuk penetapan ion klorida dan dalam kuantitas runutan bergantung pada pergeseran ion tiosianat oleh ion klorida dari dalam merkuri(II)tiosianat, dengan hadirnya ion besi(III)tiosianat yang berwarna, dan intensitas warnanya berbanding lurus dengan konsentrasi ion klorida yang terikat dalam merkuri(II)tiosianat. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Kompleks $[Fe(SCN)]^{2+}$ yang terbentuk akan memberikan warna merah tua untuk mengetahui absorbansinya dapat diukur pada panjang gelombang 460 nm (Basset dkk, 1994).

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 (Willard dkk, 1988).

Hukum yang menyatakan hubungan antara absorbansi radiasi dengan tebal medium penyerap dirumuskan oleh Lambert-Beer sebagai berikut (Sastrohamidjojo, 1992) :

$$A = \epsilon b C \quad (2.3)$$

dengan : A = absorbansi

ϵ = absorpsivitas molar ($L \text{ mg}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

b = tebal medium penyerap (cm)

C = konsentrasi kromofor (mg L^{-1})

2.7 Spektrofotometri Inframerah

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Wang dkk (2003) tentang proses kalsinasi pada mineral piropilit yang dilakukan dengan temperatur antara 200°C sampai 1125°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 di atas temperatur 450°C). Proses dehidroksilasi ini bisa dilihat dari melemahnya spektra OH^- pada bingan gelombang $3700\text{-}3400 \text{ cm}^{-1}$. Keberadaan molekul CO_2 pada kisi piropilit terlihat pada bilangan gelombang sekitar 2347 cm^{-1} . 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-}).

2.8 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, Dan Ukuran Pori Menggunakan Metode BET (Lowell dan Shields, 1984)

2.8.1 Perhitungan luas permukaan adsorben

Untuk menghitung luas permukaan adsorben dilakukan dengan alat *Surface Area Analyzer*, merupakan metode adsorpsi gas.

Adsorpsi yang terjadi termasuk jenis adsorpsi fisik dan merupakan adsorpsi sistem padat. Adsorpsi gas dengan zat padat berlangsung pada suhu nitrogen cair (-196°C). Teori BET (Braunauer, Emmett dan Teller sebagai pencetus ide) didasarkan pada teori kinetik gas yang diperluas untuk n lapisan. Teori kinetik gas mengasumsikan bahwa :

1. Laju adsorpsi = laju desorpsi
2. Tumbukan antar molekul diabaikan
3. Tumbukan antara molekul dengan permukaan (adsorbat-adsorben) bersifat elastis
4. Molekul yang teradsorpsi tebalnya 1 molekul (merupakan lapisan molekul tunggal/monolayer)
5. 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 (N_2)
 W = Berat adsorbat pada P/P_0
 W_m = Berat adsorbat pada monolayer jenuh
 C = Konstanta BET

Berat adsorbat (W) diperoleh sebagai berikut :

$$W = V_{\text{ads}} \times W_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{N}_2} \quad (2.5)$$

dengan : $\rho_{\text{N}_2} = 1,2506 \text{ g/L}$

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:

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

dengan : N = Bilangan Avogadro molekul adsorbat
 $= 6,022 \times 10^{23} / \text{mol}$

A = Tampang Lintang $= 16,2 \text{ \AA}^2$

N = Berat molekul $N_2 = 28 \text{ g/mol}$

Dengan demikian luas permukaan spesifik dapat dihitung sebagai berikut :

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

2.8.2 Penentuan volume pori total

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

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

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

P = tekanan uap N_2 cair $= 1 \text{ atm}$

T = suhu N_2 cair yaitu 273 K

V_{ads} = volume gas N_2 yang teradsorpsi

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

Sehingga dengan demikian diperoleh persamaan sebagai berikut :

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

dengan : V_{gas} = jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_0 \approx 1$

2.8.3 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

2.9 Hipotesis

Berdasarkan teori yang telah diperoleh, maka dapat disusun hipotesis bahwa :

1. Terdapat pengaruh temperatur dan lama kalsinasi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi ion klorida .
2. Terdapat pengaruh temperatur dan lama kalsinasi terhadap karakter mineral piropilit alam Nawangan.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan (Maret-Mei) 2008 di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Malang dan BATAN Yogyakarta untuk uji luas permukaan spesifik, volume pori dan Jari-jari pori rata-rata.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan sampel yang digunakan merupakan mineral piropilit berupa bongkahan batuan berwarna putih keabuan, sampel diambil dari Desa Gondang Kecamatan Nawangan Pacitan Jawa Timur. Sedangkan, bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia pro analisis (p.a) yaitu NaCl, HNO₃ pekat (65% (v/v); 1,42g/mL), FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O, Hg(SCN)₂, Etanol 100%, AgNO₃ 1% (b/v), kecuali akuades.

3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ayakan 120 mesh dan ayakan 150 mesh, *Surface Area Analyzer* merk NOVA 100, spektrofotometer inframerah (model FT/IR-5300), tanur (Barnsted Thermolyne 6000 Furnace), oven (Fisher Scientific Isotemp® 655 F), Spektronik 20, desikator, neraca analitis Mettler AE -50, botol semprot, cawan porselin, mortar, bola hisap, kertas saring whatman 41 dan peralatan gelas.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi piropilit
2. Penentuan panjang gelombang maksimum [Fe(SCN)]²⁺ dan pembuatan kurva baku Cl⁻
3. Pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl⁻
4. Pengaruh lama kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl⁻

5. Karakterisasi gugus fungsi piropilit dengan metode Spektrofotometri Inframerah dan karakterisasi luas permukaan, jari-jari dan volume adsorben dengan metode BET
6. Analisis data

3.5 Cara Kerja Penelitian

3.5.1 Preparasi piropilit

Mengacu pada prosedur preparasi piropilit yang dilakukan oleh Pribadi (2008) sejumlah mineral piropilit ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan berukuran 120 mesh. Padatan yang lolos diayak lagi menggunakan ayakan berukuran 150 mesh. Padatan yang tertahan pada ayakan kedua, dicuci dengan akuades sampai bebas Cl^- (menggunakan AgNO_3 dan HNO_3) dan dikeringkan pada temperatur 105°C sampai berat konstan sehingga didapatkan sampel piropilit dengan ukuran (120-150) mesh atau (0,13-0,11) mm.

3.5.2 Penentuan panjang gelombang maksimum $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ (Greenberg dkk, 1992)

Sebanyak 2,5 mL larutan Cl^- 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan 2,0 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol, diencerkan sampai tanda batas. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang antara 400-500 nm. Diperoleh panjang gelombang maksimum 460 nm.

3.5.3 Pembuatan kurva baku Cl^- (Greenberg dkk, 1992)

Sebanyak 0 mL, 0,5 mL, 1,0 mL, 1,5 mL, 2,0 mL, 2,5 mL, 3,0 mL, 3,5 mL, 4,0 mL, dan 4,5 mL larutan Cl^- 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL kemudian ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan 2,0 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol, diencerkan sampai tanda batas. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm. Dibuat kurva hubungan antara konsentrasi terhadap absorbansi.

3.5.4 Penentuan konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat menggunakan metode merkuri(II)tiosianat (Greenberg dkk, 1992)

Sebanyak 2,5 mL larutan filtrat hasil perlakuan 3.5.5; 3.5.6; 3.5.7 dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, selanjutnya ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M dan 2,0 mL larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol, diencerkan sampai tanda batas. Larutan dibiarkan selama 10 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 460 nm. Konsentrasi Cl^- sisa (C_s) ditentukan dengan cara memasukkan nilai absorbansi sampel pada persamaan kurva baku. Mengacu pada rumus 2.1 dan rumus 2.2 dapat ditentukan kemampuan adsorpsi Cl^- .

3.5.5 Pengaruh kemampuan adsorpsi Cl^- pada piropilit hasil preparasi (Mutrofin dkk, 2007)

Ditimbang 0,2 gram sampel piropilit berukuran (0,13-0,11) mm hasil preparasi dan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL yang telah berisi 100 mL larutan Cl^- 300 ppm kemudian dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam. Filtrat disaring menggunakan kertas saring whatman 41 dan ditampung di dalam erlenmeyer 250 mL volume total filtrat sisa $\pm$ 100 mL kemudian konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat dapat ditentukan menurut perlakuan 3.5.4.

3.5.6 Pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- (Pribadi, 2008; Wang dkk, 2003)

Sampel piropilit berukuran (0,13-0,11) mm hasil preparasi ditimbang 1,0 gram dan ditempatkan di cawan porselin (disiapkan 5 sampel) untuk dikalsinasi pada temperatur 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, 800°C selama 5 jam kemudian sampel piropilit dimasukkan dalam desikator. Ditimbang 0,2 gram sampel piropilit hasil kalsinasi dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang telah berisi 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, kemudian dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam. Filtrat disaring menggunakan kertas saring whatman 41 dan ditampung di erlenmeyer 250 mL volume total filtrat sisa $\pm$ 100 mL kemudian

konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat dapat ditentukan menurut perlakuan 3.5.4.

3.5.7 Pengaruh lama kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- (Pribadi, 2008; Wang dkk, 2003)

Sampel piropilit berukuran (0,13-0,11) mm hasil preparasi ditimbang 1,0 gram dan ditempatkan di cawan porselin (disiapkan 5 sampel) untuk dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam dan 7 jam kemudian sampel piropilit dimasukkan dalam desikator. Ditimbang 0,2 gram sampel piropilit hasil kalsinasi dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang telah berisi 100 mL larutan Cl^- 300 ppm, kemudian dikocok dengan pengocok elektrik berkecepatan 100 rpm selama 3 jam. Filtrat disaring menggunakan kertas saring whatman 41 dan ditampung di erlenmeyer 250 mL volume total filtrat sisa ± 100 mL kemudian konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat dapat ditentukan menurut perlakuan 3.5.4.

3.5.8 Analisis gugus fungsi piropilit dengan spektrofotometri inframerah (Khopkar, 1990)

Sebanyak 1,0 mg sampel piropilit dengan temperatur kalsinasi optimum dan lama kalsinasi optimum dan tanpa kalsinasi dicampurkan dengan KBr dengan perbandingan massa sampel dengan pellet KBr yaitu 1:10 untuk dibuat pelet dan selanjutnya sampel yang sudah berbentuk pelet dianalisis spektra IR-nya menggunakan Spektrofotometer Inframerah.

3.5.9 Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan metode BET (Lowell dan Shields, 1984)

Produk mineral piropilit dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan jari-jari pori rata-rata.

Sebelum dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* terlebih dahulu piropilit ditimbang, kemudian dipanaskan

pada suhu 110°C dan selanjutnya ditempatkan dalam desikator sampai diperoleh berat konstan. Selanjutnya dilakukan *degassing* sampel dengan menggunakan gas N₂ pada kecepatan alir 40 mBar/menit pada suhu 150°C selama 1 jam, selanjutnya dilakukan pengukuran dengan *Surface Area Analyzer*, sehingga diperoleh data volume gas N₂ teradsorpsi pada sampel. Data tersebut diolah dengan metode BET untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori-pori, dan jari-jari pori.

3.6 Analisis Data (Kusriningrum, 2008)

Data serapan 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 Duncan 5% untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan nilai optimum. Pola analisis yang digunakan, dapat ditunjukkan seperti Tabel 3.1:

Tabel 3.6.1 Analisis data

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}	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_4$

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

Menghitung faktor koreksi :

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} \quad (3.1)$$

Menghitung jumlah kuadrat (JK) :

$$a. JK \text{ total} = \sum_{j=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} - FK \quad (3.2)$$

$$b. JK \text{ perlakuan} = \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - FK \quad (3.3)$$

$$c. JK \text{ galat} = JK \text{ total} - JK \text{ perlakuan} \quad (3.4)$$

Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

$$a. KT \text{ perlakuan} = \frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \quad (3.5)$$

$$b. Kt \text{ galat} = \frac{JK \text{ galat}}{dB \text{ galat}} \quad (3.6)$$

Menghitung nilai F

$$F_{\text{hitung}} \text{ perlakuan} = \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galat}} \quad (3.7)$$

Setelah jumlah kuadrat total, perlakuan dan galat dihitung dapat dibuat analisis uraian seperti yang diperlihatkan pada Tabel 3.2

Tabel 3.6.2 Analisis sidik ragam satu arah

Sumber Keragaman	DB	JK	KT	F _{hitung}
Perlakuan	p-1	JK _p	KT _p	KT _p / KT
Galat	p (n-1)	JK _g	KT _g	
Total	pn – 1	JK _t		

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

$F_{tabel} = 3,11$

Jika $F_{hitung} > 3,11$ maka H_0 ditolak, berarti ada perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji jarak berganda Duncan.

Uji Duncan ini digunakan untuk $F_{hitung} > F_{tabel}$ maupun $F_{hitung} < F_{tabel}$. Untuk menentukan apakah dua nilai tengah berbeda atau dua nilai rata-rata pengamatan dengan jarak tertentu berbeda atau tidak berbeda, maka dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$LSR = SSR \times \sqrt{\frac{KTG}{n}}$$

Dimana : LSR (*Least Significant Range*) : jarak nyata terkecil

SSR (*Significant Studentized Range*) : jarak nyata Duncan

Nilai SSR dapat ditentukan berdasarkan tabel.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Piropilit

Preparasi sampel piropilit ini bertujuan untuk mendapatkan padatan piropilit dengan ukuran partikel seragam yang akan digunakan untuk penentuan kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan 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. Hal ini dilakukan agar mendapatkan ukuran partikel yang seragam sehingga akan diperoleh butiran piropilit dengan luas permukaan yang sama. Butiran piropilit ini diharapkan akan mempunyai kemampuan yang sama dalam menyerap adsorbat yang akan dikontakkan. Padatan yang tertahan mempunyai ukuran partikel antara (0,13-0,11) mm. Selanjutnya serbuk piropilit dengan ukuran partikel (0,13-0,11) mm dicuci dengan akuades sampai bebas Cl^- . Pencucian dengan akuades bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang larut dalam air dan partikel halus seperti koloid tanah yang menyertai mineral piropilit. Filtrat hasil pencucian piropilit di uji secara kualitatif dengan AgNO_3 kemudian ditambahkan HNO_3 untuk mengidentifikasi adanya Cl^- di dalam filtrat. Filtrat hasil pencucian piropilit dapat dinyatakan bebas Cl^- apabila didalam filtrat tidak terbentuk endapan putih dari AgCl . Setelah itu serbuk piropilit dipanaskan pada oven dengan temperatur 105°C yang bertujuan untuk menghilangkan air hidrat yang terkandung di dalam piropilit setelah dilakukan pencucian kemudian ditimbang sampel piropilit sampai berat sampel piropilit konstan

4.2 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Larutan Cl^- 300 ppm

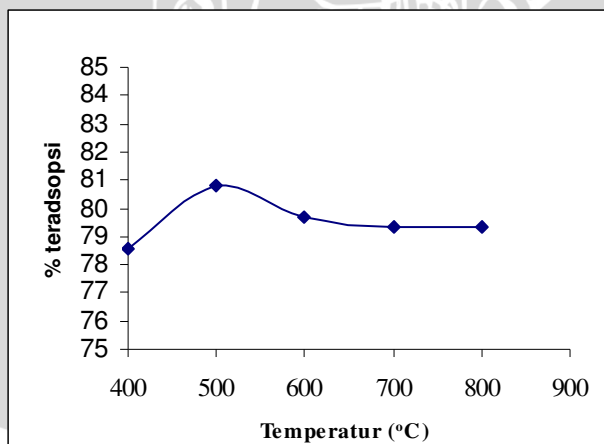
Pengaruh temperatur kalsinasi dipelajari untuk mengetahui sejauh mana temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsi piropilit apabila dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Temperatur kalsinasi optimum ditentukan untuk

mengetahui pada temperatur berapa proses aktivasi fisik dapat menghasilkan kemampuan adsorpsi yang optimum. Temperatur kalsinasi optimum mineral piropilit setelah dikontakkan dengan larutan CI 300 ppm dapat ditentukan dengan cara memvariasi temperatur kalsinasi piropilit pada temperatur 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, dan 800°C selama 5 jam. Hasil penentuan temperatur kalsinasi optimum mineral piropilit tersaji pada Tabel 4.2.1 dan Gambar 4.2.1

Tabel 4.2.1 Data pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi CI⁻

T kalsinasi (°C)	[CI ⁻] akhir rata-rata (ppm)	% teradsorpsi			% teradsorpsi rata-rata	SD
		1	2	3		
0*	68,5	77,18	77,18	77,18	77,18	0,0
400	64,4	78,75	78,44	78,44	78,54	0,1
500	57,6	80,81	80,81	80,81	80,81	0,0
600	61	79,65	79,65	79,65	79,65	0,0
700	61,9	79,35	79,35	79,35	79,35	0,0
800	61,9	79,35	79,35	79,35	79,35	0,0

Ket * : kalsinasi pada temperatur 0°C merupakan kontrol perlakuan kalsinasi selanjutnya



Gambar 4.2.1 Grafik pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi CI⁻

Berdasarkan Gambar 4.2.1 jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi terlihat bahwa terjadi kenaikan nilai kemampuan adsorpsi piropilit terhadap Cl^- yang diakibatkan oleh adanya pengaruh temperatur kalsinasi pada temperatur 400°C dan 500°C . Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya temperatur kalsinasi dapat menyebabkan lepasnya impuritis K_2O (titik leleh 350°C) dan proses dehidroksilasi pada piropilit. Proses dehidroksilasi yaitu proses lepasnya molekul air kristal (H_2O) pada piropilit yang dimulai pada pemanasan diatas temperatur 450°C . Oleh karena itu, dengan adanya kalsinasi rongga pori-pori piropilit semakin terbuka sehingga Cl^- dapat diadsorpsi secara optimal. Pada piropilit tanpa kalsinasi diperoleh nilai kemampuan adsorpsi sebesar 77,18%, sedangkan nilai kemampuan adsorpsi optimum piropilit diperoleh pada temperatur kalsinasi 500°C sebesar 80,81%. Terjadi kenaikan kemampuan adsorpsi sebesar 4,49%. Kenaikan kemampuan adsorpsi piropilit yang diakibatkan oleh temperatur kalsinasi sangat rendah, hal ini dimungkinkan karena jari-jari pori piropilit alam Nawangan tanpa kalsinasi sebesar $21,7 \text{ \AA}$ (Nindya, 2006) yang lebih besar daripada jari-jari Cl^- sebesar $1,8 \text{ \AA}$ (Huheey dkk., 1993) sehingga Cl^- dapat teradsorpsi secara optimal ke dalam rongga pori-pori piropilit. Keadaan ini memungkinkan tanpa kalsinasi Cl^- sudah dapat teradsorpsi ke dalam rongga pori-pori piropilit dengan optimal, sehingga dapat dikatakan bahwa aktivasi secara fisik tidak banyak mempengaruhi kemampuan adsorpsi piropilit dalam mengadsorpsi Cl^- . Meskipun persen kenaikan kemampuan adsorpsi piropilit sangat kecil apabila dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi, tetapi persen adsorpsi Cl^- pada piropilit cukup besar yaitu 77,18% pada piropilit tanpa kalsinasi dan sebesar 80,81% untuk piropilit dengan kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Data ini menunjukkan bahwa piropilit mampu bertindak sebagai adsorben yang cukup baik bagi Cl^- .

Pada saat temperatur kalsinasi ditingkatkan menjadi 600°C kemampuan adsorpsi mengalami penurunan hal ini dikarenakan semakin banyaknya CO_2 yang terjebak kedalam kisi-kisi piropilit sehingga menutup pori-pori piropilit yang mengakibatkan terhalangnya proses adsorpsi Cl^- . Diatas temperatur kalsinasi 600°C yaitu temperatur kalsinasi 700°C dan 800°C kemampuan adsorpsi piropilit sedikit mengalami penurunan karena CO_2 yang terjebak didalam kisi-kisi piropilit telah jenuh sehingga proses adsorpsi Cl^-

pada piropilit mengalami kesetimbangan. Masuknya molekul CO_2 pada saat proses dehidroksilasi pada piropilit berlangsung didukung dengan spektra inframerah untuk piropilit tanpa kalsinasi dan piropilit disertai kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Spektra inframerah dari piropilit tersaji pada Gambar 4.3.2 dan Gambar 4.3.3

Adapun mekanisme proses adsorpsi Cl^- pada piropilit secara fisik dapat terjadi karena Cl^- dapat masuk ke rongga pori piropilit yang telah kosong akibat hilangnya air kristal dan impuritis K_2O .

Berdasarkan analisa data menggunakan Rancangan Acak Lengkap pada taraf nyata 5% yang tersaji pada Tabel L.6.4 diperoleh nilai F_{hitung} (321,38) lebih besar daripada F_{tabel} (3,11) sehingga dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh temperatur kalsinasi pada penentuan nilai kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap Cl^- . Hal ini berarti bahwa pada setiap perbedaan perlakuan yang diberikan yaitu variasi temperatur kalsinasi akan menyebabkan perbedaan nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap Cl^- dengan kesalahan sebesar 5%. Setelah dilakukan uji Duncan, data tersaji pada Tabel L.6.5 diketahui bahwa kemampuan adsorpsi Cl^- pada temperatur kalsinasi 400°C sampai 600°C menghasilkan kemampuan adsorpsi yang berbeda nyata sedangkan pada temperatur kalsinasi 700°C dan 800°C menghasilkan kemampuan adsorpsi yang tidak berbeda nyata atau dapat dikatakan kalsinasi pada temperatur 700°C dan 800°C selama 5 jam memberikan pengaruh yang sama pada kemampuan adsorpsi piropilit.

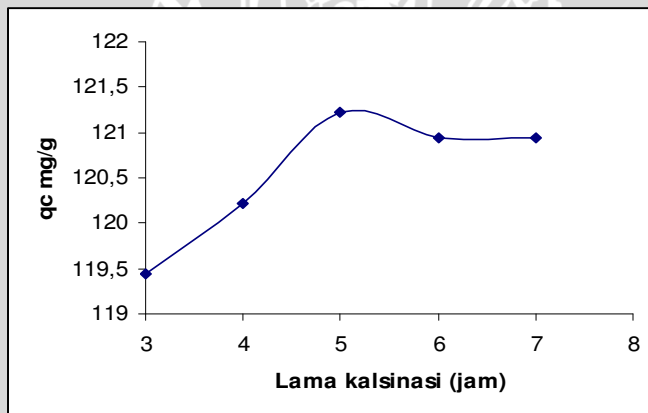
4.3 Pengaruh Lama Kalsinasi Piropilit terhadap Kemampuan Adsorpsi Larutan Cl^- 300 ppm

Lama kalsinasi optimum perlu untuk ditentukan untuk mengetahui berapa lama kalsinasi akan memberikan kemampuan adsorpsi yang optimum. Lama kalsinasi ditentukan dengan memvariasi lama kalsinasi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam pada temperatur optimum sebesar 500°C . Hasil penentuan lama kalsinasi optimum tersaji pada Tabel 4.3.1 dan pada Gambar 4.3.1

Tabel 4.3.1 Data pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^-

t kalsinasi (jam)	[Cl^-] Akhir (ppm) rata-rata	qc (mg/g)			qc rata- rata (mg/g)	% Adsorpsi	SD
		1	2	3			
0*	68,4	115,8	115,8	115,8	115,8	77,18	0,0
3	61,1	119,5	119,5	119,5	119,4	79,63	0,1
4	59,7	119,9	120,4	120,4	120,2	80,14	0,3
5	57,6	121,2	121,2	121,2	121,2	80,81	0,0
6	58,1	120,8	120,8	121,2	120,9	80,62	0,2
7	58,1	120,8	121,8	120,8	120,9	80,62	0,2

Ket * : kalsinasi pada temperatur 0°C merupakan kontrol perlakuan kalsinasi selanjutnya



Gambar 4.3.1 Grafik pengaruh lama kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^-

Berdasarkan Gambar 4.3.1 dapat diketahui bahwa nilai kemampuan adsorpsi mengalami kenaikan dengan bertambahnya lama proses kalsinasi sehingga dapat dikatakan bahwa lama kalsinasi berpengaruh terhadap kenaikan kemampuan adsorpsi. Pada lama kalsinasi 3 jam dan 4 jam kemampuan adsorpsi piropilit mengalami kenaikan. Hal ini dikarenakan semakin lama proses kalsinasi maka semakin banyak air kristal dan impuritis K_2O yang terlepas sehingga pori-pori piropilit semakin terbuka dan semakin mudah Cl^- untuk di

adsorpsi. Kemampuan adsorpsi optimum dicapai pada lama kalsinasi 5 jam dengan temperatur kalsinasi 500°C sebesar 121,2 mg/g (% teradsorpsi sebesar 80,81%). Terjadi kenaikan kemampuan adsorpsi piropilit sebesar 4,71%, jika dibandingkan dengan nilai kemampuan adsorpsi piropilit tanpa kalsinasi sebesar 115,8 mg/g (% teradsorpsi 77,18%). Kenaikan kemampuan adsorpsi yang rendah dimungkinkan pengotor K₂O dan air kristal yang belum lepas seluruhnya.

Pada saat lama kalsinasi ditingkatkan menjadi 6 jam kemampuan adsorpsi mengalami penurunan karena semakin banyak CO₂ yang terjebak didalam kisi-kisi piropilit. Sedangkan pada lama kalsinasi 7 jam dan 8 jam kemampuan adsorpsi mengalami kesetimbangan karena CO₂ yang terjebak di dalam kisi-kisi piropilit telah jenuh.

Adanya CO₂ yang masuk kedalam kisi-kisi piropilit selama proses dehidroksilasi berlangsung dapat ditunjukkan dengan spektra inframerah pada Gambar 4.3.2, Gambar 4.3.3. dan Tabel 4.3.2. Gugus C=O pada CO₂ terdeteksi pada bilangan gelombang 2322,1 cm⁻¹ dan melemahnya intensitas spektra OH⁻ dari H₂O dari bilangan gelombang 3407 cm⁻¹ untuk piropilit tanpa kalsinasi menjadi 3399,3 cm⁻¹ untuk piropilit dengan kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam (Wang dkk, 2003). Jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi terjadi penurunan intensitas spektra OH⁻ sebesar 29,18%.

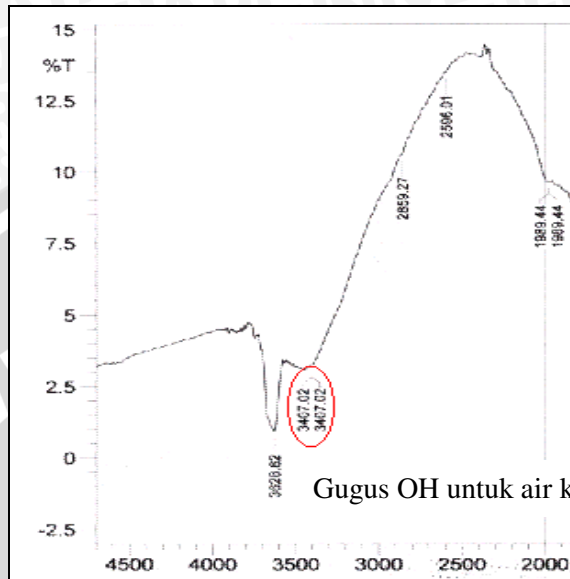
Tabel 4.3.2 Data spektra inframerah piropilit alam Nawangan Pacitan tanpa kalsinasi dan disertai kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Piropilit Tanpa Aktivasi		Piropilit dengan Kalsinasi 500 °C selama 5 jam	
	%T	A	%T	A
3407	3,2	1,5	8,8	1,1
2322,1	0	0	23	0,6

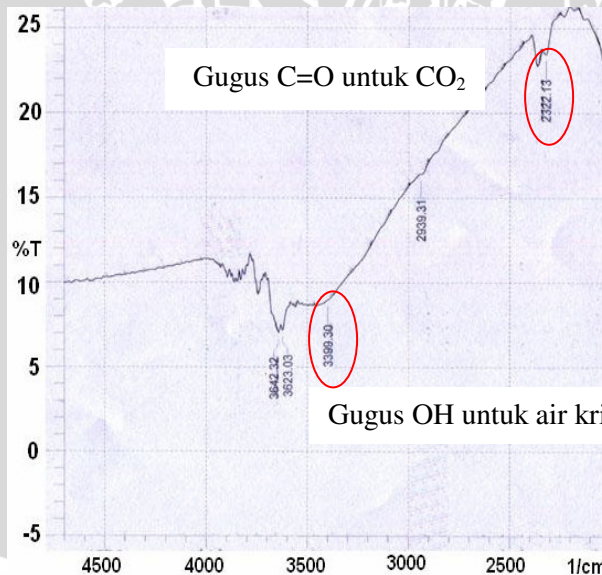
Keterangan :

%T = persen transmitansi

A = nilai absorbansi



Gambar 4.2.2 Gambar spektra inframerah piropilut tanpa proses kalsinasi



Gambar 4.2.3 Gambar spektra inframerah piropilut dengan proses kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam

Berdasarkan analisa data menggunakan rancangan acak lengkap pada taraf nyata 5% yang tersaji pada Tabel L.7.4 diperoleh nilai F_{hitung} (52,5) lebih besar daripada F_{tabel} (3,11) sehingga dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh lama kalsinasi pada penentuan nilai kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap Cl^- . Hal ini berarti bahwa pada setiap perbedaan perlakuan yang diberikan yaitu variasi lama kalsinasi akan menyebabkan perbedaan nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap Cl^- dengan kesalahan sebesar 5%. Setelah dilakukan uji Duncan pada taraf nyata 5%, data tersaji pada Tabel L.7.5 dapat diketahui bahwa kemampuan adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi lama kalsinasi 3 jam sampai 5 jam menghasilkan kemampuan adsorpsi yang berbeda nyata. Sedangkan pada lama kalsinasi 6 jam dan 7 jam menghasilkan kemampuan adsorpsi yang tidak berbeda nyata atau dapat dikatakan pengaruh lama dan temperatur kalsinasi pada piropilit memberikan pengaruh yang sama terhadap kemampuan adsorpsinya.

4.4 Pengaruh Temperatur dan Lama Kalsinasi Optimum Terhadap Luas Permukaan Spesifik, Volume Pori, dan Jari-Jari Pori Rata-Rata Piropilit Alam Nawangan Pacitan

Pengaruh temperatur dan lama kalsinasi optimum terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata perlu ditentukan untuk mengetahui sejauh mana kalsinasi berpengaruh terhadap perubahan luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata apabila dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Penentuan luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata dilakukan pada kondisi optimum yaitu pada temperatur kalsinasi 500°C selama 5 jam.

Tabel 4.4.1 Data Perbedaan luas permukaan, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata pada piropilit alam Nawangan Pacitan tanpa kalsinasi dan disertai kalsinasi

Mineral Piropilit	Luas Permukaan (m ² /g)	Volume Pori (cm ³ /g)	Jari-Jari Pori rata-rata (Å)
Tanpa Kalsinasi	8,1	8,8.10 ⁻³	21,7
Disertai Kalsinasi	3,9	6,2.10 ⁻³	31,3

Berdasarkan Tabel 4.4.1 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan luas permukaan spesifik sebesar 50,99% apabila dibandingkan antara luas permukaan spesifik piropilit tanpa kalsinasi (8,1 m²/g) dan luas permukaan spesifik piropilit disertai kalsinasi (3,9 cm³/g) dan terjadi penurunan volume pori sebesar 29,53% apabila dibandingkan antara volume pori piropilit tanpa kalsinasi sebesar 8,8.10⁻³ cm³/g dan volume pori piropilit disertai kalsinasi sebesar 6,2.10⁻³ cm³/g dengan kenaikan jari-jari sebesar 30,44%. Terjadinya penurunan luas permukaan spesifik dan volume pori dimungkinkan karena struktur piropilit yang berupa *phylosilicate*. Pada saat dikalsinasi tidak semua pengotor seperti rutil (titik leleh 1850°C), Fe₂O₃ (titik leleh 1565°C), MgO (titik leleh 2800°C), CaO (titik leleh 2572°C-2580°C) dan Na₂O (titik leleh 1275°C) (Sax dan Lewis, 1987) dapat leleh sampai pada temperatur 800°C sehingga sebagian besar masih tertahan pada lapisan di atasnya. Hal ini yang mengakibatkan luas permukaan spesifik dan volume pori yang terisi kembali oleh pengotor dari lapisan sebelumnya. Oleh karena itu, luas permukaan spesifik dan volume pori yang terukur merupakan luas permukaan rata-rata dan volume pori dari piropilit dan pengotor. Hal ini pula yang menyebabkan kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan mengalami penurunan setelah diperoleh kondisi optimum.

Terjadi kenaikan jari-jari pori rata-rata sebesar 30,44% apabila dibandingkan dengan jari-jari pori rata-rata piropilit tanpa kalsinasi sebesar 21,7 Å dan jari-jari pori rata-rata piropilit disertai kalsinasi sebesar 31,3 Å. Menurut Lowell dan Shields (1984) luas permukaan spesifik yang menurun menghasilkan jari-jari pori rata-rata yang menurun. Namun, pada penelitian ini tidak didapatkan hasil yang sesuai dengan teori. Hal ini diduga karena ukuran pori-pori piropilit

yang tidak merata dan masih ada kandungan pengotor pada piropilit sehingga yang terukur merupakan jari-jari pori rata-rata piropilit dan pengotor.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Temperatur dan lama kalsinasi piropilit berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- . Kondisi optimum dicapai pada temperatur 500°C selama 5 jam dengan nilai kemampuan adsorpsi sebesar 121,2 mg/g. Piropilit tanpa kalsinasi diperoleh kemampuan adsorpsi sebesar 115,8 mg/g. Terjadi kenaikan sebesar 4,71% jika dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Piropilit mempunyai persen adsorpsi sebesar 80,81% sehingga dapat dikatakan piropilit merupakan adsorben yang baik untuk Cl^- .
2. Temperatur dan lama kalsinasi berpengaruh terhadap karakter piropilit, yaitu dapat menyebabkan :
 - a. penurunan luas permukaan spesifik dari $8,1 \text{ m}^2/\text{g}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $3,9 \text{ m}^2/\text{g}$ (dengan kalsinasi) atau penurunan sebesar 50,99%.
 - b. penurunan volume pori dari $8,8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $6,2 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$ (dengan kalsinasi) atau penurunan sebesar 29,53%.
 - c. kenaikan jari-jari pori rata-rata dari $21,7 \text{ \AA}$ (tanpa kalsinasi) menjadi $31,3 \text{ \AA}$ (dengan kalsinasi) atau kenaikan sebesar 30,44%.
 - d. proses dehidroksilasi pada piropilit alam Nawangan hasil kalsinasi 500°C selama 5 jam yang didukung dengan melemahnya spektra OH pada bilangan gelombang $3399,3 \text{ cm}^{-1}$ dan munculnya spektra CO_2 pada bilangan gelombang $2322,1 \text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penentuan nilai kapasitas adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan dalam aplikasinya sebagai adsorben menggunakan kation atau anion yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J., R.C. Denny, G.H. Jeffry, dan J. Mendham. 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., M.J. Mc Kelvy, A.V.G. Chizmeshya, R. Sharma dan R.W. Carpenter. 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.
- Cotton, F.A., dan G. Wilkinson. 1985. Kimia Anorganik Dasar. UI-Press Universitas Indonesia. Jakarta. hal 374.
- Deer, W.A., R.A. Hawie and J. Zussman, J. 1992, An Introduction To The Rock-forming Minerals, Second Edition., Pearson Prentice Hall, Harlow, England, hal.46-50.
- 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.
- Fyre, K. 1991 The Encyclopedia of Mineralogy : IVB. Hutchinson Ross Publishing Company. United State of America. hal. 430 dan 706.
- Grant, J., 1972, Hack's Chemical Dictionary, Fourth Edition, Mc Graw-Hill, Inc., United State of America

- Greenberg, A. C., L.S. Cleseeri dan A.D. Eaton. 1992. Standart Method for Water and Wastewater. Eighteenth Ed. American Public Health Association. New York. hal. 169-177, 292-295, 452-453.
- Hassler, J.W. 1963. Activated Carbon. Chemical Publishing Company. New York. hal. 174-176.
- Hendri, J., I.G. Suka, W. Simanjuntak, Anissa dan Gatot. 2007. Karakteristik Film Polietilen Tergrafting Asam Akrilat Diperoleh Dengan Metoda Radiasi Gamma (Characteristic Of Acrylic Acid Grafted Polyethylene Film Prepared By Gamma Irradiation Method). *J. Berkala MIPA*. 17 Maret 2007. 33-42.
- Huheey, J.E., E.A. Keiter dan R.L. Keiter. 1993. Inorganic Chemistry. Third Ed. Harper International SI Edition. New York.
- Keren, R., P.R. Gross dan L.D. Sparks. 1994. Equilibrium and Kinetics of Borate Adsorption-Desorption on Pyrophyllite in Aqueous Suspensions. *J. Soil. Sci. Soc. Amer.* 58 : 1116-1122.
- Khopkar, S.M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. UI Press. Jakarta. hal. 274-275.
- Kusriningrum, R.S. Perancangan Percobaan. 2008. Airlangga University Press. Surabaya. hal. 46,61, 84.
- Lowell. S., dan J.E. Shields. 1984. Powder Surface Area and Porosity. Second Ed. Chapman and Hall Ltd. London. hal. 14-66.
- Mutrofin, S., B. Kamulyan dan Y. Ponco. 2007. Pengaruh Aktivasi HCl Pada Mineral Piropilit Alam Sumbermanjing Malang Selatan Dalam Upaya Meningkatkan Prospeknya Sebagai Adsorben Ion. *J. Natural* 2: 101 Mei 2007 Jurusan Nimia.

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
Universitas Brawijaya. Malang.

Nindya, F., S. Mutrofin dan T. Setianingsih. 2006. Karakterisasi Piropilit Alam Nawangan Pacitan Jawa Timur. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang.

Oscik, J. dan I.I. Copper. 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.

Pribadi, A., S. Mutrofin dan Q. Fardiah. 2008. Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi Terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan Menggunakan ion Mg^{2+} . Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang.

Sainz-Diaz, C.L., V. Timon, V. Botella dan A.H. Laguna. 2000. Isomorphous 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.

Sawyer, C.N. dan P.L. Mc. Carty. 1987. Chemistry for Engineering. Thrid Ed. Mc. Graw Hill. Kogakhusa Ltd. Tokyo. hal. 12, 173.

Sax, N.I., dan R.J. Lewis. 1987. Hawley's Condensed Chemical Dictionary. Eleventh Ed. Vanostrand Reinhold Co. New York. hal. 162, 200, 205, 513, 720.

Saxena, S., M. Prasad, S.S. Amritphale dan N. Chandra. 2001. Adsorption Of Cyanide From Aqueous Solutions At Pyrophyllite Surface, *J. Sep. Pur. Tec.* 24 : 263-270.

Sukardjo. 1990. Kimia Anorganik. Penerbit Rineka Cipta. Jakarta.

Tan, K.H. 1991. Dasar-dasar Kimia Tanah. UGM Press. Yogyakarta. hal. 23-27.

Van Vlack, L. H. 1982. Materials for Engineering: Concepts and Applications. Addison Wesley Publishing Company. Inc. Canada. hal. 320-321.

Wang, L., M. Zhang, S.A.T. Redfern dan Z.Y. Zhang. 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.

Weber, Jr.W. J. 1972. Physicochemical Process For Water Quality Control. John Wiley Interscience. New York. hal 199, 229-296.

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

Yunasfi. 2002. Pemanfaatan Limbah Cair Industri Untuk Sektor Kehutanan. Fakultas Pertanian Jurusan Ilmu Kehutanan Universitas Sumatera Utara, Sumatera Utara. *J.* 1-13.

LAMPIRAN 1

PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN

L.1.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Cl^-

L.1.1.1 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:

$$\begin{aligned}\text{Massa atom relatif (Ar) } \text{Cl}^- &= 35,5 \text{ g/mol} \\ \text{Massa molekul relatif (Mr) NaCl} &= 58,5 \text{ g/mol} \\ \text{Berat } \text{Cl}^- \text{ yang terdapat dalam larutan} &= 500 \text{ ppm} \cdot 2000 \text{ ml} \\ &= 500 \text{ mg/L} \cdot 2 \text{ L} \\ &= 1000 \text{ mg} \\ \text{Berat NaCl yang ditimbang} &= \frac{\text{Mr NaCl}}{\text{Ar } \text{Cl}^-} \cdot \text{berat } \text{Cl}^- \\ &= \frac{58,5 \text{ g/mol}}{35,5 \text{ g/mol}} \cdot 1000 \text{ mg} \\ &= 1647,9 \text{ mg} \\ &= 1,6 \text{ gram}\end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 1,6 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.1.1.2 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.1.1.3 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.1.2 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.1.2.1 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:

$$\begin{aligned} \text{Massa molekul relatif (Mr) } \text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} &= 482,2 \text{ gram/mol} \\ \text{mol } \text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} &= \text{Volume} \cdot \text{Molaritas} \\ &= 0,025 \text{ L} \cdot 0,25 \text{ mol/L} \\ &= 0,0625 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } \text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \cdot \text{Mr} \\ &= 0,0625 \cdot 482,2 \text{ gram/mol} \\ &= 3,0136 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi massa $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ yang harus ditimbang adalah 3,0 gram

L.1.2.2 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:

$$\begin{aligned}
 \text{BJ HNO}_3 \text{ 9 M Pekat} &= 1,42 \text{ g/mL} \\
 \text{Kadar HNO}_3 \text{ 9 M Pekat} &= 65\% \\
 \text{BM HNO}_3 \text{ 9 M Pekat} &= 63,01 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa} &= \text{Massa jenis HNO}_3 \cdot \text{Kadar HNO}_3 \\
 &= 1,42 \text{ g/mL} \cdot 0,65 \\
 &= 0,923 \text{ g/mL}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr HNO}_3} \\
 &= \frac{0,923 \text{ g/mL}}{63,01 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,014 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Molaritas HNO}_3 \text{ pekat} &= \frac{\text{Mol}}{\text{Volume}} \\
 &= \frac{0,146 \text{ mol}}{1 \text{ mL}} \cdot \frac{1 \text{ mL}}{0,001 \text{ L}} \\
 &= 14,6 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Untuk membuat larutan HNO₃ 9M maka:

$$\begin{aligned}
 V_1 \cdot M_1 &= V_2 \cdot M_2 \\
 V_1 \cdot 14,6 \text{ M} &= 50 \text{ mL} \cdot 9 \text{ M} \\
 V_1 &= 30,8 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet sebanyak 30,8 mL HNO₃ pekat kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

L.1.2.3 Pembuatan Larutan FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O 0,25 M dalam HNO₃ 9 M

Ditimbang FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O 0,25 M sebanyak 3 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.1.3 Perhitungan dan Pembuatan AgNO_3 0,1 M

Untuk membuat 100 mL AgNO_3 0,1 M maka massa AgNO_3 yang harus ditimbang adalah

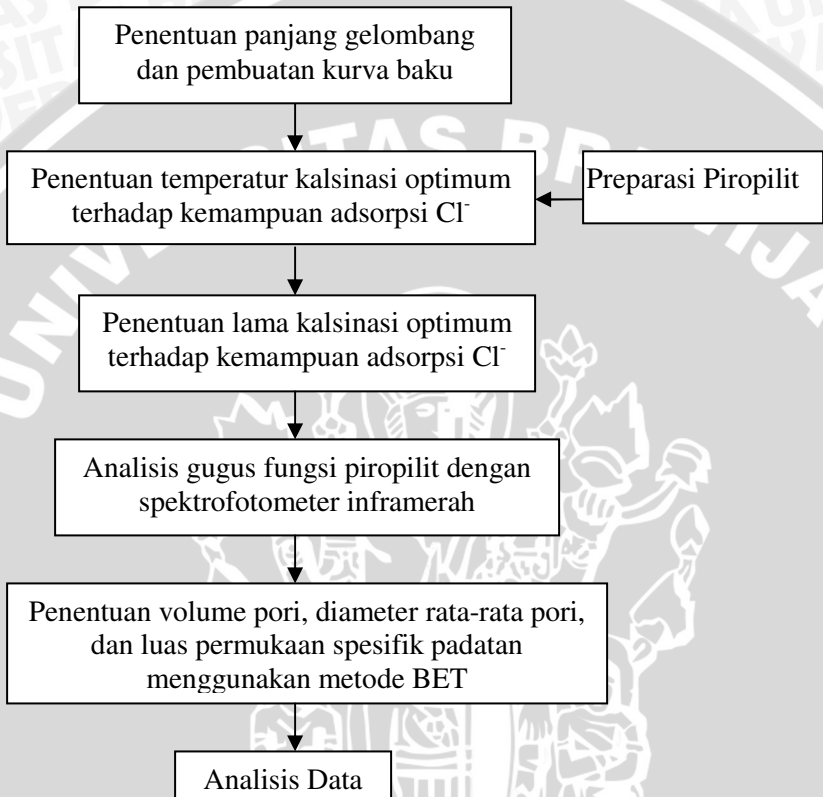
$$\begin{aligned}\text{Mol} &= M \cdot V \\ &= 0,1 \cdot 0,1 \\ &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa} &= \text{mol} \cdot \text{Mr} \\ &= 0,01 \text{ mol} \cdot 168,9 \text{ g/mol} \\ &= 1,689 \text{ g} \\ &= 1,7 \text{ g}\end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 1,7 gram AgNO_3 dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades. Larutan dituangkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.



LAMPIRAN 2

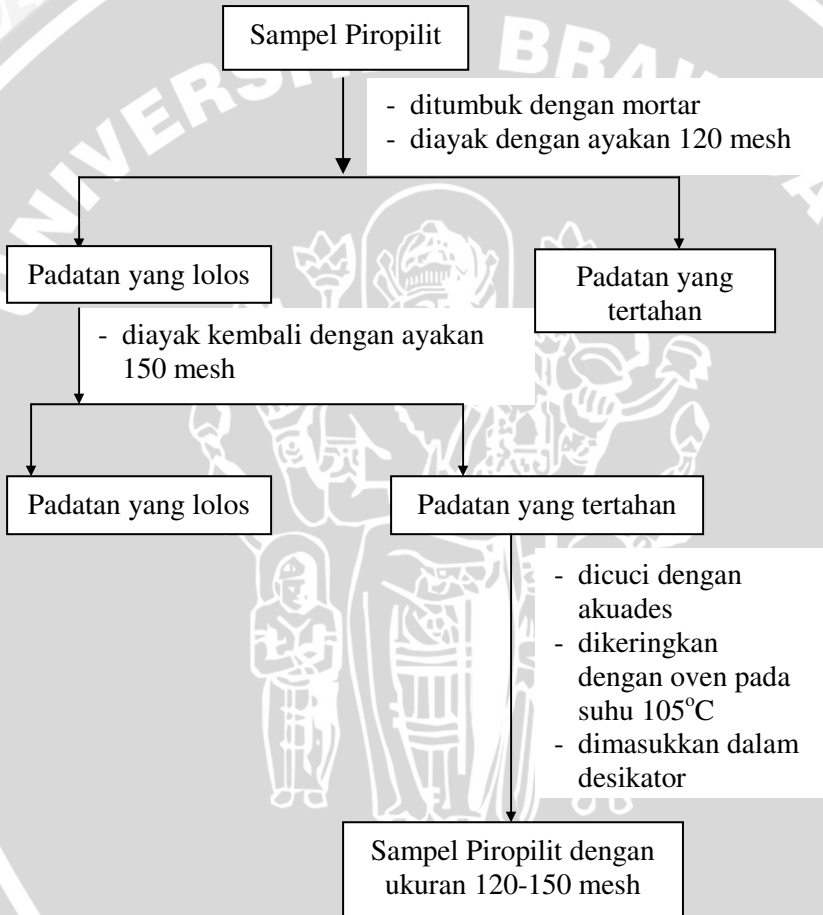
TAHAPAN PENELITIAN



LAMPIRAN 3

SKEMA KERJA

L.3.1 Preparasi Piropilit



L.3.2 Pentuan panjang gelombang maksimum $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ (Greenberg, 1992)

Larutan Cl^- 100 ppm

- Dipipet sebanyak 2,5 mL dimasukkan labu ukur 25 mL
- Ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- Ditambah larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL
- Diencerkan sampai tanda batas
- Dibiarkan selama 10 menit
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-500 nm
- Diperoleh panjang gelombang 460 nm

Hasil

L.3.3 Pembuatan kurva baku Cl^- (Greenberg, 1992).

Larutan Cl^- 100 ppm

- Dipipet masing-masing 0 mL, 0,5 mL, 1,0 mL, 1,5 mL, 2,0 mL, 2,5 mL, 3,0 mL, 3,5 mL, 4,0 mL dan 4,5 mL
- Dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- Ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- Ditambah larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL
- Diencerkan sampai tanda batas
- Dibiarkan selama 10 menit
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 460 nm
- Dibuat kurva hubungan konsentrasi terhadap absorbansi

Hasil

L.3.4 Penentuan konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat menggunakan metode merkuri(II)tiosianat (Greenberg dkk, 1992)

2,5 mL filtrat hasil perlakuan 5; 6 dan 7

- Dimasukkan labu ukur 25 mL
- Ditambah 2,0 mL $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,25 M dalam HNO_3 9 M
- Ditambah larutan jenuh $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ dalam etanol sebanyak 2,0 mL
- Diencerkan sampai tanda batas
- Dibiarkan selama 10 menit
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 460 nm
- Ditentukan konsentrasi Cl^-

Hasil

L.3.5 Pengaruh kemampuan adsorpsi Cl^- pada piropilit hasil preparasi (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
- Ditentukan konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat menurut perlakuan L.3.4

Hasil

L.3.6 Pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- (Pribadi, 2008; Wang dkk, 2003)

1 gram sampel piropilit ukuran (0,13-0,11) mm

- Dikalsinasi pada suhu 400°C, 500°C, 600°C, 700°C dan 800°C selama 5 jam
- Dimasukkan dalam desikator selama 2 jam
- Ditimbang sebanyak 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

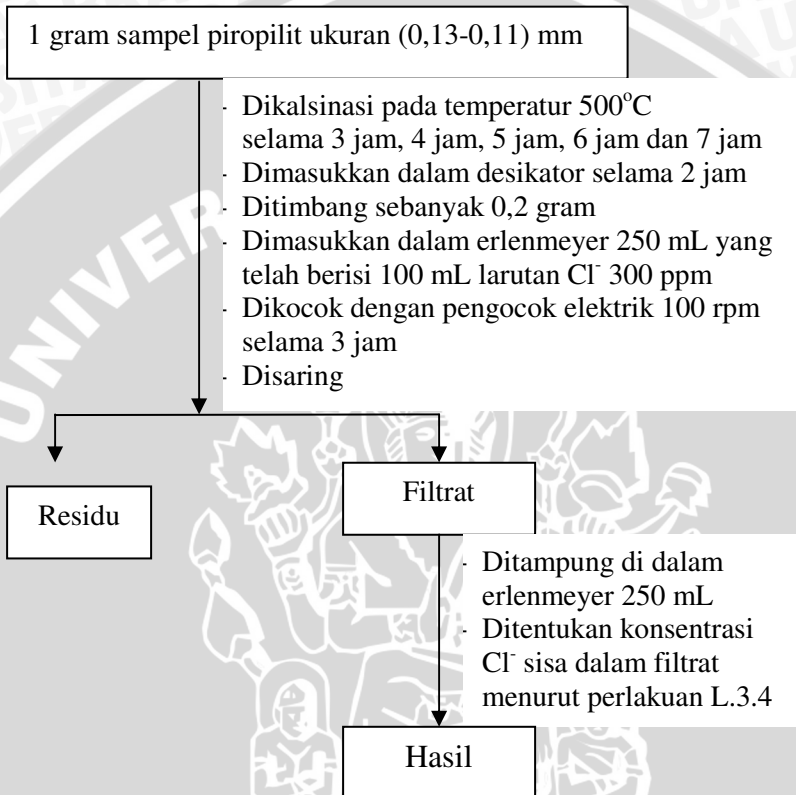
Residu

Filtrat

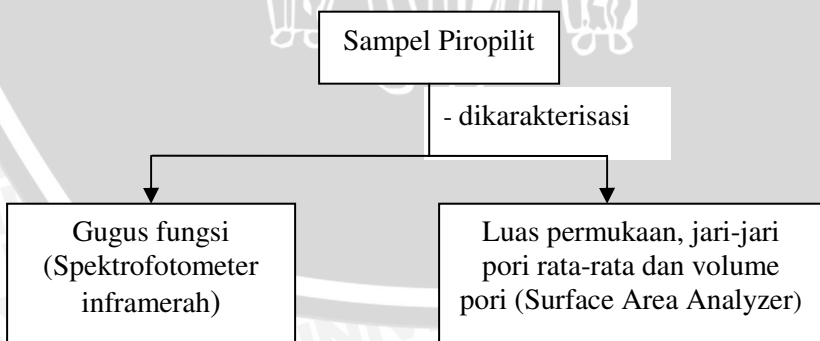
- Ditampung di dalam erlenmeyer 250 mL
- Ditentukan konsentrasi Cl^- sisa dalam filtrat menurut perlakuan L.3.4

Hasil

L.3.7 Pengaruh temperatur kalsinasi piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^- (Pribadi, 2008; Wang dkk, 2003)



L.3.8 Karakterisasi Piropilit



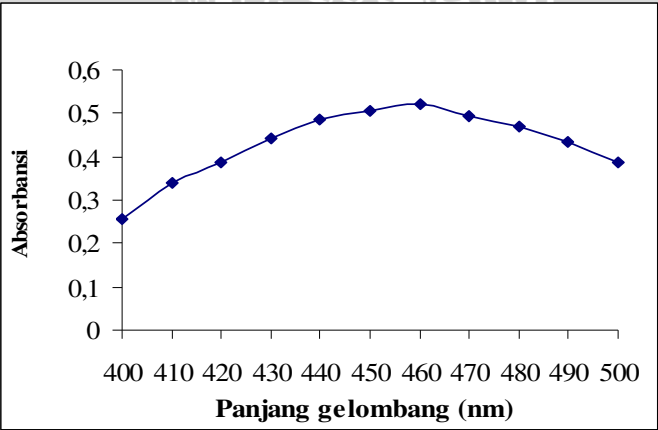
LAMPIRAN 4

PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM
[Fe(SCN)]²⁺ dan PEMBUATAN KURVA BAKU CI⁻

L.4.1 Penentuan panjang gelombang maksimum [Fe(SCN)]²⁺

Tabel L.4.1 Hasil pengamatan absorbansi pada berbagai panjang gelombang

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi			A rata-rata	SD
	1	2	3		
400	0,2596	0,2557	0,2596	0,2583	0,0023
410	0,3372	0,3419	0,3372	0,3388	0,0027
420	0,3872	0,3819	0,3872	0,3854	0,0031
430	0,4437	0,4377	0,4437	0,4417	0,0035
440	0,4815	0,4815	0,4881	0,4837	0,0038
450	0,5017	0,5086	0,5086	0,5063	0,0040
460	0,5228	0,5228	0,5228	0,5228	0,0000
470	0,4949	0,4949	0,4949	0,4949	0,0000
480	0,4685	0,4685	0,4685	0,4685	0,0000
490	0,4318	0,4377	0,4318	0,4338	0,0034
500	0,3819	0,3872	0,3872	0,3854	0,0031



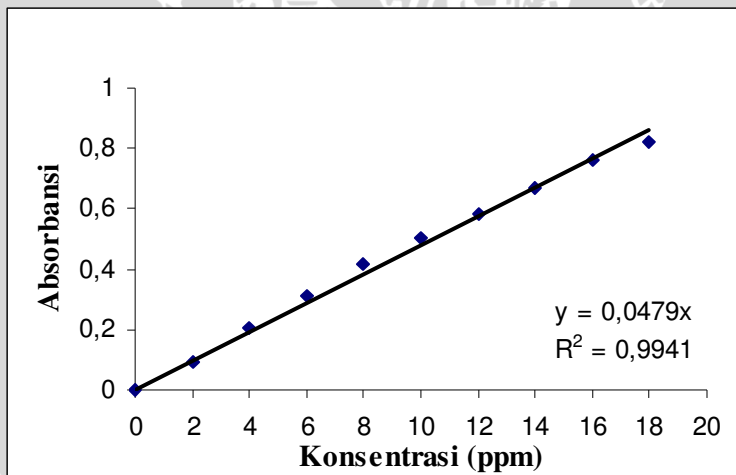
Gambar L.4.1 Grafik penentuan panjang gelombang maksimum [Fe(SCN)]²⁺

Lampiran 4.2 Pembuatan kurva baku Cl^-

L.4.2 Penentuan Regresi Linier Larutan Standar Cl^-

Tabel L.4.2 Hasil pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Cl^-

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			A rata-rata	SD
	1	2	3		
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0958	0,0958	0,0958	0,0958	0,0000
4	0,2076	0,2076	0,2076	0,2076	0,0000
6	0,3148	0,3098	0,3098	0,3115	0,0029
8	0,4202	0,4145	0,4145	0,4164	0,0033
10	0,5157	0,5017	0,5017	0,5064	0,0081
12	0,5768	0,5850	0,5768	0,5795	0,0047
14	0,6676	0,6676	0,6676	0,6676	0,0000
16	0,7569	0,7569	0,7696	0,7611	0,0073
18	0,8239	0,8239	0,8239	0,8239	0,0000



Gambar L.4.2 Kurva Baku Cl^- pada panjang gelombang maksimum 460 nm

LAMPIRAN 5

PENENTUAN TEMPERATUR dan LAMA KALSINASI OPTIMUM

L.5.1 Penentuan temperatur kalsinasi optimum piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^-

Tabel L.5.1 Data hasil pengamatan absorbansi, konsentrasi akhir larutan Cl^- dan kemampuan adsorpsi Cl^- dalam berbagai variasi temperatur kalsinasi

T kalsinasi (°C)	Absorbansi			[Cl ⁻] Akhir (ppm)			[Cl ⁻] Akhir rata-rata (ppm)	% teradsorpsi			% teradsorpsi	SD
	1	2	3	1	2	3		1	2	3		
0	0,3279	0,3279	0,3279	68,5	68,5	68,5	68,5	77,18	77,18	77,18	77,18	0,0
400	0,3054	0,3098	0,3098	63,8	64,7	64,7	64,4	78,75	78,44	78,44	78,54	0,1
500	0,2757	0,2757	0,2757	57,6	57,6	57,6	57,6	80,81	80,81	80,81	80,81	0,0
600	0,2924	0,2924	0,2924	61	61	61	61	79,65	79,65	79,65	79,65	0,0
700	0,2967	0,2967	0,2967	61,9	61,9	61,9	61,9	79,35	79,35	79,35	79,35	0,0
800	0,2967	0,2967	0,2967	61,9	61,9	61,9	61,9	79,35	79,35	79,35	79,35	0,0

L.5.2 Penentuan lama kalsinasi optimum piropilit terhadap kemampuan adsorpsi Cl^-

Tabel L.5.2 Data hasil pengamatan absorbansi, konsentrasi akhir larutan Cl^- dan kemampuan adsorpsi Cl^- dalam berbagai variasi lama kalsinasi

t (jam)	Absorbansi			[Cl^-] Akhir/ (ppm)			[Cl^-] Akhir rata-rata (ppm)	qc (mg/g)			qc rata- rata (mg/g)	% Adsorpsi	SD
	1	2	3	1	2	3		1	2	3			
0	0,3279	0,3279	0,3279	68,5	68,5	68,5	68,5	115,8	115,8	115,8	115,8	77,18	0,0
3	0,2934	0,2924	0,2924	61,3	61	61	61,1	119,4	119,5	119,5	119,4	79,63	0,1
4	0,2882	0,2839	0,2839	60,2	59,3	59,3	59,7	119,9	120,4	120,4	120,2	80,14	0,3
5	0,2757	0,2757	0,2757	57,6	57,6	57,6	57,6	121,2	121,2	121,2	121,2	80,81	0,0
6	0,2798	0,2798	0,2757	58,4	58,4	57,6	58,1	120,8	120,8	121,2	120,9	80,62	0,2
7	0,2798	0,2757	0,2798	58,4	57,6	58,4	58,1	120,8	121,2	120,8	120,9	80,62	0,2

L.5.3 Contoh perhitungan konsentrasi akhir larutan Cl^- dan jumlah Cl^- yang teradsorpsi

Diketahui :

Volume larutan	= 0,1 L
Berat adsorben	= 0,2 gram
Konsentrasi awal Cl^- (C_0)	= 300 ppm
Faktor pengenceran larutan (fp)	= $\frac{25 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}} = 10 \text{ mL}$
Persamaan linier kurva baku Y	= 0.0479X

Maka konsentrasi akhir Cl^- (C_s) dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$X = \frac{Y}{0,0479} = \frac{0,3279}{0,0479}$$
$$C_s = X \cdot fp = \frac{0,3279}{0,0479} \times \left[\frac{25 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}} \right] = 68,5 \text{ ppm}$$

Kemampuan adsorpsi dapat diperoleh dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kemampuan adsorpsi} = \frac{(300 \text{ ppm} - 68,5 \text{ ppm}) \cdot 0,1 \text{ L}}{0,2 \text{ gram}}$$
$$= 115,8 \text{ mg/g}$$

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{(300 \text{ ppm} - 68,5 \text{ ppm})}{300 \text{ ppm}} \cdot 100\% = 77,18\%$$

Cara yang sama dapat digunakan untuk menentukan kemampuan adsorpsi piropilit pada berbagai variasi tempratur dan lama kalsinasi piropilit pada tabel L.5.1 dan L.5.2

LAMPIRAN 6

UJI STATISTIK PENENTUAN TEMPERATUR DAN LAMA KALSINASI OPTIMUM

Lampiran 6.1 Uji Statistik Penentuan Temperatur Kalsinasi Optimum Piropilit Terhadap Kemampuan Adsorpsi Cl^-

Tabel L.6.1.1 Uji statistik hasil penentuan kemampuan adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi temperatur kalsinasi piropilit setelah kontak dengan larutan Cl^- 300 ppm

T kalsinasi (°C)	%teradsorpsi			Total
	1	2	3	
400	78,75	78,44	78,44	235,63
500	80,81	80,81	80,81	242,44
600	79,65	79,65	79,65	238,96
700	79,35	79,35	79,35	238,06
800	79,35	79,35	79,35	238,06
Jumlah				1193,15

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{[1193,15]^2}{15} = 94907,13$$

Tabel L.6.1.2

Uji statistik hasil penentuan kemampuan adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi temperatur kalsinasi piropilit setelah kontak dengan larutan Cl^- 300 ppm

T kalsinasi (°C)	% teradsorpsi			(% teradsorpsi) ²			Total
	1	2	3	1	2	3	
400	78,75	78,44	78,44	6201,15	6153,02	6153,02	18507,19
500	80,81	80,81	80,81	6530,93	6530,93	6530,93	19592,80
600	79,65	79,65	79,65	6344,45	6344,45	6344,45	19033,35
700	79,35	79,35	79,35	6296,87	6296,87	6296,87	18890,61
800	79,35	79,35	79,35	6296,87	6296,87	6296,87	18890,61
	Jumlah			31670,27	31622,14	6296,87	94914,56

$$\begin{aligned}
 \text{JK total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - \text{FK} \\
 &= 94914,56 - 94907,13 \\
 &= 8,2
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.1.3

Uji statistik hasil penentuan kemampuan adsorpsi Cl^- pada berbagai variasi temperatur kalsinasi piropilit setelah kontak dengan larutan Cl^- 300 ppm

T kalsinasi (°C)	% teradsorpsi			Total	(Total) ²
	1	2	3		
400	78,75	78,44	78,44	235,63	55521,49
500	80,81	80,81	80,81	242,44	58778,41
600	79,65	79,65	79,65	238,96	57100,05
700	79,35	79,35	79,35	238,06	56671,83
800	79,35	79,35	79,35	238,06	56671,83
	Jumlah			1193,15	284743,51

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - \text{FK} \\
 &= \frac{284743,51}{3} - 94907,13 \\
 &= 8,1
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 8,2 - 8,1 \\
 &= 0,1
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.1.4 Analisis Ragam

Sumber	db	JK	KT	F _{hitung}	F _{tabel 5%}
Keragaman					
Perlakuan	4	8,1	2,0247	321,38	3,11
Galat	10	0,1	0,0063		
Total	14	8,2			

$$F_{\text{tabel}} = (f_1, f_2)$$

$$f_1 = \text{derajat bebas perlakuan}$$

$$f_2 = \text{derajat bebas galat}$$

F_{hitung} lebih besar dari pada F_{tabel} pada taraf nyata 5% berarti masing-masing perlakuan sangat berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji Duncan pada taraf nyata 5%

Contoh perhitungan LSR

$$\begin{aligned}
 \text{LSR} &= \text{SSR} \cdot \sqrt{\frac{\text{KTG}}{n}} \\
 &= 3,22 \cdot \sqrt{\frac{0,0063}{3}} \\
 &= 0,15
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.1.5 Uji Duncan

T kalsinasi (°C)	% teradsorpsi (x)	Perlakuan				p	SSR	LSR
		(x-400)	(x-800)	(x-700)	(x-600)			
500	80,81	2,27*	1,46*	1,46*	1,16*	5	3,37	0,15
600	79,65	1,11*	0,29*	0,29*		4	3,31	0,15
700	79,35	0,81*	0,00			3	3,22	0,15
800	79,35	0,81*				2	3,08	0,14
400	78,54							

Keterangan : * = sangat berbeda nyata pada taraf 5%

Lampiran 6.2 Uji Statistik Penentuan Lama Kalsinasi Optimum Piropilit Terhadap Kemampuan Adsorpsi CI

Tabel L.6.2.1 Hasil penentuan kemampuan adsorpsi piropilit dengan variasi lama kalsinasi setelah kontak dengan larutan CI 300 ppm

t kalsinasi (jam)	qc (mg/g)			Total qc
	1	2	3	
3	119,4	119,5	119,5	358,3
4	119,9	120,4	120,4	360,7
5	121,2	121,2	121,2	363,7
6	120,8	120,8	121,2	362,8
7	120,8	121,2	120,8	362,8
Jumlah				1808,3

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{[1808,3]^2}{15} = 217996,6$$

Tabel L.6.2.2 Hasil penentuan kemampuan adsorpsi piropilit dengan variasi lama kalsinasi setelah kontak dengan larutan CI 300 ppm

t kalsinasi (jam)	qc (mg/g)			qc ² (mg/g)			Total qc ²
	1	2	3	1	2	3	
3	119,4	119,5	119,5	14250,1	14275,1	14275,1	43355,6
4	119,9	120,4	120,4	14380	14487,8	14487,8	44083,8
5	121,2	121,2	121,2	14694,6	14694,6	14694,6	43876,7
6	120,8	120,8	121,2	14591	14591	14694,6	43876,7
7	120,8	121,2	120,8	14591	14694,6	14591	217992,8
Jumlah				72506,7	72743,1	72743,1	217992,8

$$\begin{aligned}
 \text{JK total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - \text{FK} \\
 &= 217992,8 - 217996,6 \\
 &= 6,6
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.2.3 Hasil penentuan kemampuan adsorpsi piropilit dengan variasi lama kalsinasi setelah kontak dengan larutan CI 300 ppm

t kalsinasi (jam)	qc (mg/g)			Total qc	(Total qc) ²
	1	2	3		
3	119,4	119,5	119,5	358,3	128400,3
4	119,9	120,4	120,4	360,6	130066,4
5	121,2	121,2	121,2	363,7	132251,4
6	120,8	120,8	121,2	362,8	131629,6
7	120,8	121,2	120,8	362,8	131629,6
Jumlah				1808,3	653977,3

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - \text{FK} \\
 &= \frac{653977,3}{3} - 217996,6 \\
 &= 6,3
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 6,6 - 6,3 \\
 &= 0,3
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.2.4 Analisis Ragam

Sumber	db	JK	KT	F_{hitung}	F_{tabel}
Keragaman					
Perlakuan	4	6,3	1,58	52,5	3,11
Galat	10	0,3	0,03		
Total	14	6,6			

$$F_{tabel} = (f_1, f_2)$$

f_1 = derajat bebas perlakuan

f_2 = derajat bebas galat

F_{hitung} lebih besar dari pada F_{tabel} pada taraf nyata 5 % berarti masing-masing perlakuan sangat berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji Duncan pada taraf nyata 5 %.

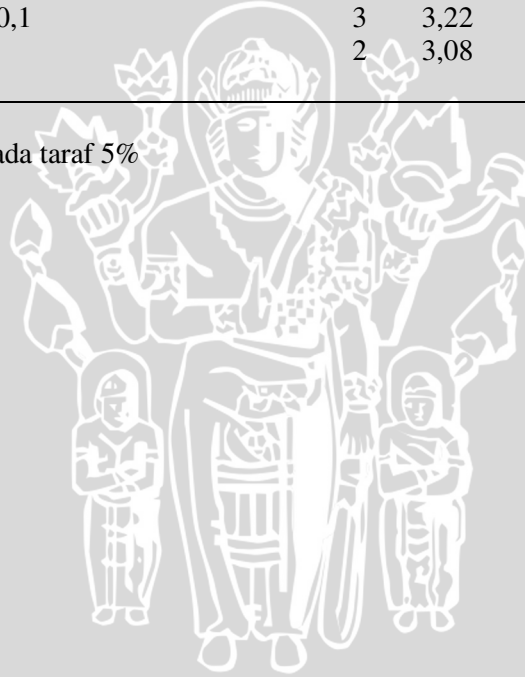
Contoh perhitungan LSR

$$\begin{aligned} LSR &= SSR \cdot \sqrt{\frac{KTG}{n}} \\ &= 3,37 \cdot \sqrt{\frac{0,03}{3}} \\ &= 0,34 \end{aligned}$$

Tabel L.6.1.5 Uji Duncan

Perlakuan	Rata-rata	Perlakuan				P	SSR	LSR
		(x-7)	(x-6)	(x-3)	(x-4)			
5 jam	121,2	1,9*	1,7*	1,6*	0,8*	5	3,37	0,34
4 jam	120,4	1,1*	0,9*	0,8*		4	3,31	0,33
3 jam	119,6	0,3	0,1			3	3,22	0,32
6 jam	119,5	0,2				2	3,08	0,30
7 jam	119,3							

Keterangan : * = sangat berbeda nyata pada taraf 5%



LAMPIRAN 7

TABEL BET

Tabel L.7.1 Data Luas Permukaan Spesifik Piropilit Nawangan Pacitan Setelah Dikalsinasi pada Temperatur 500°C selama 5 jam

Multi BET (Adsorption)		BET Transform ($1/(W[P_0/P - 1])$)
P/P ₀		
0.057665		198.586732
0.082793		216.180406
0.150601		267.869532
0.202828		303.406236
0.253092		339.910406
Slope	=	724.387819
Intercept	=	156.970164
Correlation Coefficient	=	0.999846
BET C	=	5.614812
Surface Area	=	1.983556 sq m
Specific Surface Area	=	3.951308 sq m/g

Tabel L.7.2 Data Volume Pori dan Jari-jari Pori Rata-Rata Piropilit Nawangan Pacitan Setelah Dikalsinasi 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)
508.640832	0.035504	0.000903
157.448621	0.703774	0.005340
111.993785	1.937763	0.010851
77.828891	5.475799	0.021309
58.654362	12.313851	0.036113
48.991835	19.148903	0.046907
42.160336	31.035096	0.063423
36.694297	45.534530	0.083543
33.115857	57.778412	0.095669
29.464232	87.689459	0.129185
26.276352	126.790319	0.166579
23.894870	158.951502	0.189906
21.899490	212.394056	0.232566
20.098680	258.247829	0.259522
18.561292	339.902142	0.315451
17.153480	610.248638	0.523394

Total Pore Volume is 6.175803 e-03 cc/g for all pores less than 809.566951 Angstrom.

Average pore radius is 31.259538 Angstrom.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

