

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI HCI TERHADAP  
AKTIFITAS ZEOLIT SEBAGAI PENUKAR KATION  
LOGAM Ni<sup>2+</sup> DENGAN MENGGUNAKAN SISTEM  
KOLOM**

**SKRIPSI**

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

oleh :  
**PRIMA APRILIA WARDHANI**  
0410923036-92



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

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI HCI TERHADAP  
AKTIFITAS ZEOLIT SEBAGAI PENUKAR KATION  
LOGAM Ni<sup>2+</sup> DENGAN MENGGUNAKAN SISTEM  
KOLOM**

oleh

**PRIMA APRILIA WARDHANI  
0410923036-92**

**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**

**Dra. Sri wardhani, MSi  
NIP. 131 993 381**

**Ulfa Andayani, SSi,MSi  
NIP. 132 125 720**

**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 : Prima Aprilia Wardhani**

**NIM : 0410923036-92**

**Jurusan : Kimia**

**Penulis skripsi berjudul :**

**Studi Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Aktifitas Zeolit  
Sebagai Penukar Kation Logam Ni<sup>2+</sup> Dengan Menggunakan  
Sistem Kolom**

**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, November 2008  
Yang menyatakan.**

**(Prima Aprilia Wardhani)  
NIM. 0410923036-92**

# STUDI PENGARUH KONSENTRASI HCl TERHADAP AKTIFITAS ZEOLIT SEBAGAI PENUKAR KATION LOGAM $Ni^{2+}$ DENGAN MENGGUNAKAN SISTEM KOLOM

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh konsentrasi HCl terhadap aktifitas zeolit sebagai penukar kation logam  $Ni^{2+}$  dengan menggunakan sistem kolom. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan nilai persen pertukaran dari  $Ni^{2+}$  dengan menggunakan zeolit yang telah teraktivasi dengan HCl pada sistem kolom. Aktivasi mineral zeolit dilakukan dengan menggunakan sistem *batch*. Aktivasi zeolit digunakan untuk menentukan konsentrasi optimum HCl dengan variasi konsentrasi HCl 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0M. Nilai persen pertukaran  $Ni^{2+}$  ditentukan dengan mengalirkan mengalirkan  $Ni^{2+}$  300 ppm sebanyak 100 mL kedalam kolom yang berisi zeolit teraktivasi HCl 0,6; 0,8; 1,0 M. Konsentrasi  $Ni^{2+}$  ditentukan dengan spektrofotometri dengan pembentukan kompleks Ni-DMG. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi HCl 0,8 M merupakan konsentrasi optimum yang digunakan untuk aktivasi zeolit dan didapatkan persen pertukaran  $Ni^{2+}$  yang optimum dengan nilai  $27,79 \pm 0,01$  %

Kata kunci : zeolit,  $Ni^{2+}$ , pertukar kation, aktivasi



# THE EFFECT OF HCl CONCENTRATION FOR ZEOLITE ACTIVATION as $\text{Ni}^{2+}$ EXCHANGER BY COLUMN SYSTEM

## ABSTRACT

The effect of HCl concentration for zeolite as  $\text{Ni}^{2+}$  exchanger using column system has been studied. The aims of this research was to determine the percentage  $\text{Ni}^{2+}$  exchanged through a zeolite column exchanger after activation using HCl solution. Zeolite activation was studied using a *batch* system. It was to determine the optimum concentration of HCl from the various of concentration of HCl concentration 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0M. While the percentage of  $\text{Ni}^{2+}$  exchanged was investigated of passing 100 mL  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm through a activated of zeolite exchanger column of HCl concentration 0,6; 0,8; 1,0 M.  $\text{Ni}^{2+}$  concentration was determined spectrophotometrically as Ni-DMG complex. As a result, HCl concentration 0,8 M was used for zeolite activation to get the optimum percentage of  $\text{Ni}^{2+}$  exchanged of  $27,79 \pm 0,01$  %

Key Word : *zeolite,  $\text{Ni}^{2+}$ , cation exchanger, activation*



## KATA PENGANTAR

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

Skripsi yang berjudul ***Studi Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Aktifitas Zeolit Sebagai Penukar Kation Logam Ni<sup>2+</sup> Dengan Menggunakan Sistem Kolom*** 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. Dra. Sri Wardhani, MSi dan Ulfa Andayani, SSi, Msi 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. Drs. Warsito, MS, Dr. Diah Mardiana, Dr. Barlah Rumhayati, MS, Drs. Sasangka P, MS, selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini
4. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
5. Bapak, Ibu dan adikku tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama kuliah
6. Teman-temanku Kimia 2004, terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini

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

Malang, 2008  
Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	2
1.4 Tujuan Penelitian .....	2
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Zeolit .....	4
2.2 Aktivasi Zeolit .....	5
2.3 Pertukaran ion .....	7
2.3.1 Pertukaran Kation dengan Sistem <i>Batch</i> .....	8
2.3.2 Pertukaran kation dengan Sistem Kolom .....	9
2.4 Nikel .....	9
2.5 Penentuan Ni(II) secara spektrofotometri .....	10
2.6 Hipotesis .....	10
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	11
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	11
3.2.1 Bahan yang digunakan .....	11
3.2.2 Bahan Kimia .....	11
3.2.3 Alat Penelitian .....	11
3.3 Tahap Penelitian .....	11
3.4 Cara Kerja penelitian .....	12

3.4.1 Preparasi dan Aktivasi zeolit dengan HCl .....	12
3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Ni(DMG).....	12
3.4.3 Pembuatan Kurva Baku Ni <sup>2+</sup> .....	12
3.4.4 Penentuan konsentrasi Ni <sup>2+</sup> secara Spektrofotometri Sinar Tampak.....	13
3.4.6 Penentuan pertukaran kation Ni <sup>2+</sup> menggunakan sistem <i>batch</i> .....	13
3.4.7 Penentuan pertukaran kation Ni <sup>2+</sup> menggunakan sistem kolom .....	13
3.4.8 Analisa data .....	14

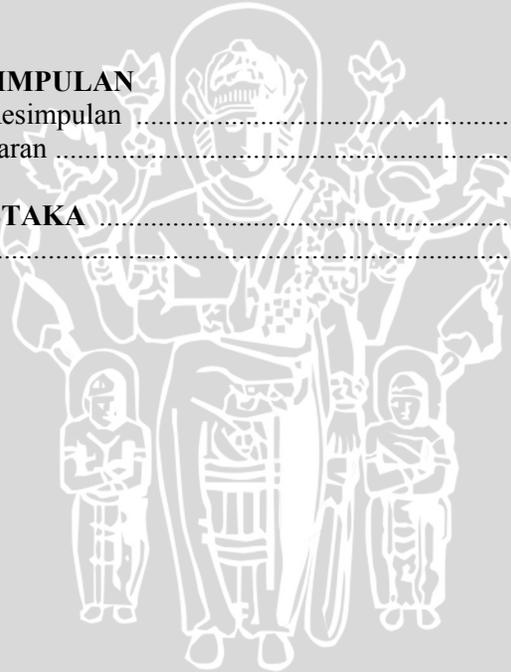
**BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit .....	17
4.2 Pengaruh Konsentrasi Larutan HCl yang digunakan pada Proses Aktivasi Zeolit Terhadap Nilai Persen Pertukaran Kation (Ni <sup>2+</sup> ) sistem <i>batch</i> .....	18
4.3 Pengaruh Konsentrasi Larutan HCl yang digunakan pada Proses Aktivasi Zeolit Terhadap Nilai Persen Pertukaran Kation (Ni <sup>2+</sup> ) sistem kolom .....	21

**BAB V KESIMPULAN**

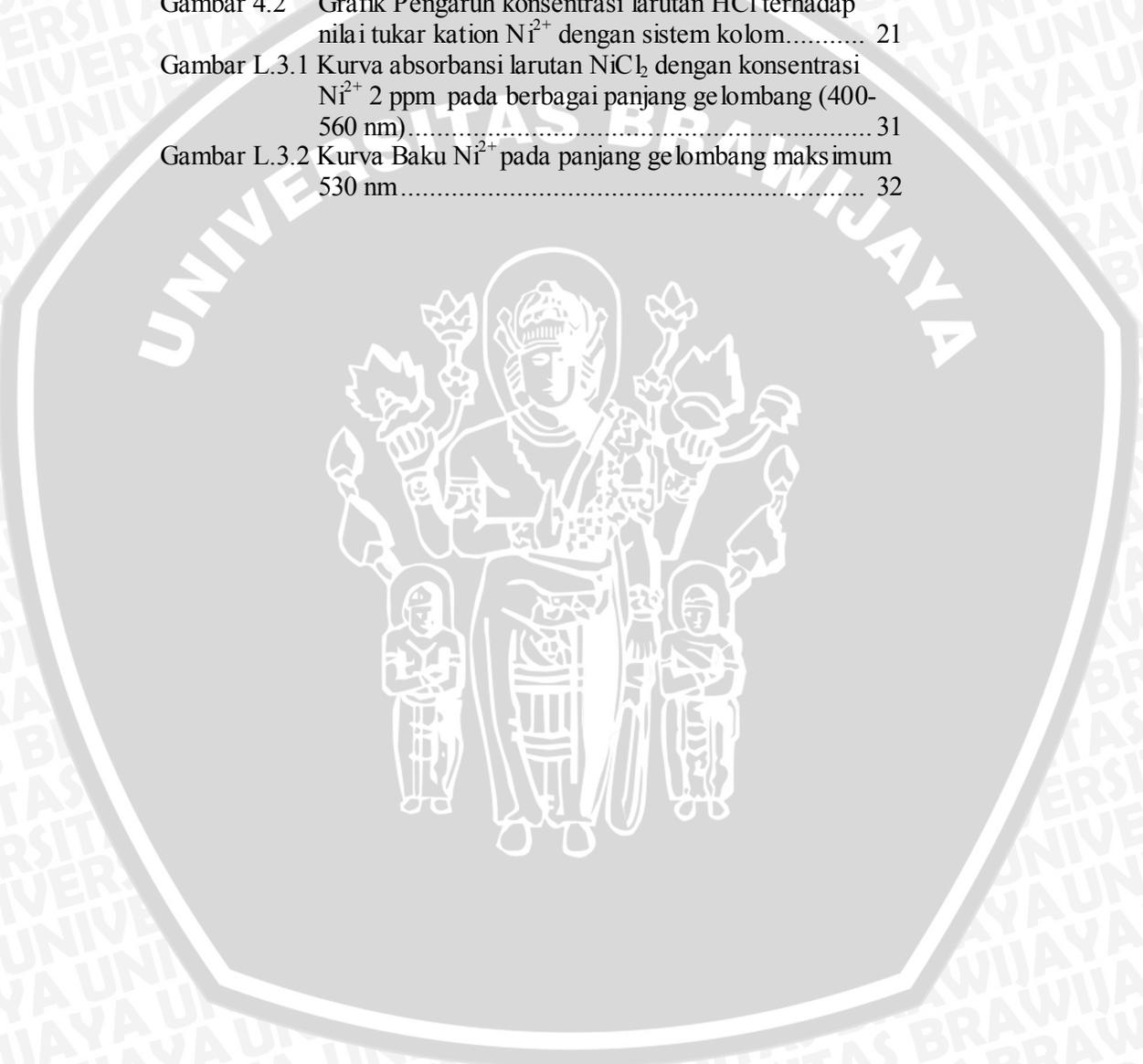
5.1 Kesimpulan .....	23
5.2 Saran .....	23

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	24
<b>LAMPIRAN</b> .....	27



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur mordenit dan klinoptilolit pada zeolit .....	4
Gambar 2.2 Struktur primer zeolit .....	5
Gambar 2.3 Struktur Kerangka Zeolit .....	5
Gambar 2.4 Reaksi aktivasi dengan asam .....	6
Gambar 2.5 Dealuminasi Zeolit .....	6
Gambar 2.6 Pembentukan kompleks nikel dimetilglioksim .....	10
Gambar 4.1 Grafik Pengaruh konsentrasi larutan HCl terhadap nilai tukar kation $Ni^{2+}$ dengan sistem <i>batch</i> .....	18
Gambar 4.2 Grafik Pengaruh konsentrasi larutan HCl terhadap nilai tukar kation $Ni^{2+}$ dengan sistem kolom .....	21
Gambar L.3.1 Kurva absorbansi larutan $NiCl_2$ dengan konsentrasi $Ni^{2+}$ 2 ppm pada berbagai panjang gelombang (400-560 nm) .....	31
Gambar L.3.2 Kurva Baku $Ni^{2+}$ pada panjang gelombang maksimum 530 nm .....	32



## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1 Analisis Data .....	14
Tabel 3.2 Analisis sidik ragam satu arah.....	15
Tabel L.2.1 Penentuan konsentrasi HCl.....	30
Tabel L.3.1 Data absorbansi larutan NiCl <sub>2</sub> dengan konsentrasi Ni <sup>2+</sup> 2 ppm pada berbagai panjang gelombang .....	31
Tabel L.3.2 Hasil pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Ni <sup>2+</sup> 32	
Tabel L.4.1 Data Ni <sup>2+</sup> 300 ppm tertukar setelah dikontakkan dengan zeolit dengan larutan HCl menggunakan sistem <i>batch</i> ...	33
Tabel L.4.2 Data perubahan pH filtrat sebelum dan sesudah dikontak dengan Ni <sup>2+</sup> .....	34
Tabel L.4.3 Data larutan Ni <sup>2+</sup> 300 ppm tertukar setelah dikontakkan dengan zeolit dengan larutan HCl menggunakan sistem kolom .....	35
Tabel L.4.4 Data perubahan pH filtrat sebelum dan sesudah dikontak dengan Ni <sup>2+</sup> .....	36
Tabel L.5.1 Hasil penentuan persen pertukaran kation zeolit dengan HCl setelah kontak dengan Ni <sup>2+</sup> .....	37
Tabel L.5.2 Hasil penentuan persen pertukaran kation zeolit dengan HCl setelah kontak dengan Ni <sup>2+</sup> .....	38
Tabel L.5.3 Hasil penentuan persen pertukaran kation zeolit dengan HCl setelah kontak dengan Ni <sup>2+</sup> menggunakan sistem kolom.....	39
Tabel L.5.4 Uji Beda Nyata Terkecil.....	41
Tabel L.6.1 Hasil penentuan persen pertukaran kation zeolit dengan HCl setelah kontak dengan Ni <sup>2+</sup> menggunakan sistem kolom.....	42
Tabel L.6.3 Hasil penentuan persen pertukaran kation zeolit dengan HCl setelah kontak dengan Ni <sup>2+</sup> menggunakan sistem kolom.....	43
Tabel L.6.4 Uji Beda Nyata Terkecil.....	44

## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan salah satu sumber mineral yang melimpah ruah di Indonesia. Zeolit merupakan senyawa aluminosilikat terhidrasi yang tersusun oleh kation-kation alkali dan alkali tanah. Zeolit mempunyai rumus kimia  $M(\text{AlSiO}_4\text{H}_2\text{O})$ , M merupakan logam alkali atau alkali tanah ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ). Zeolit ini berstruktur tiga dimensi dan mempunyai ruang yang dapat diisi oleh kation lain atau molekul air. Zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekul, katalisator, penukar ion dan adsorben (Rosita, 2004). Dorfner (1991) menyatakan bahwa keuntungan digunakan zeolit dibandingkan dengan penukar ion organik (sintetis) yaitu kestabilan zeolit terhadap panas dan radiasi tinggi serta zeolit lebih selektif sebagai penukar ion. Zeolit juga mempunyai manfaat sebagai katalis dan sebagai padatan pendukung (Ismaryata, 1999).

Salah satu upaya peningkatan daya guna zeolit alam sebagai penukar kation dilakukan dengan cara aktivasi. Riani (1999) menyatakan bahwa aktivasi dapat dilakukan dengan dua cara yaitu aktivasi secara fisik dan secara kimia. Aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan menambahkan asam HCl. Karena asam ini mampu melarutkan beberapa logam serta impuritis-impuritis yang menutup sebagian pori. Konsentrasi HCl berpengaruh terhadap pengaktifan situs-situs aktif pada zeolit. Semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan, maka akan semakin banyak pula situs aktif  $\text{H}^+$  yang terdapat pada permukaan zeolit.

Penggunaan zeolit sebagai fasa diam mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Harsini (2001) menyatakan bahwa zeolit-H mempunyai kemampuan untuk menukar kation seperti  $\text{As(III)}$ ,  $\text{Pb(II)}$ ,  $\text{Cu(II)}$  dengan nilai Kapasitas Tukar Kation masing-masing sebesar 20,4; 31,46; dan 9,08 meq/100 g. Sehingga diketahui bahwa zeolit mempunyai kemampuan menukar kation yang berbeda untuk setiap ion. Selain muatan, ukuran ion juga sangat berpengaruh terhadap daya tukar ion karena ion-ion tersebut akan menempati pori-pori yang ada pada zeolit. Pada penelitian ini digunakan nikel sebagai ion logam yang akan dipertukaran dan untuk mengetahui besarnya persen tertukar dari nikel. Selain itu, nikel merupakan ion terlarut dalam limbah. Sumber pencemaran nikel adalah pelapisan

logam, pengecoran logam, kendaraan bermotor, cat dan pertambangan. Oleh karena itu, dengan menggunakan zeolit hasil aktivasi sebagai fasa diam penukar kation diharapkan dapat meningkatkan hasil pemisahan dari logam tersebut (Alloway, 1990).

Kromatografi pertukaran ion merupakan salah satu metode pertukaran ion yang ditujukan untuk spesies-spesies ionik. Metode kromatografi pertukaran ion terus dikembangkan, diantaranya untuk menentukan total pertukaran ion nikel pada sampel, terutama karena metode ini memiliki fleksibilitas yang relatif tinggi, yaitu dapat digunakan untuk menentukan beberapa ion dengan menggunakan peralatan yang sama (Basset, 1994).

Metode yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah metode kromatografi kolom. Sebagai fasa diam digunakan zeolit yang diaktivasi dengan HCl pada berbagai konsentrasi HCl. Eluat yang dihasilkan dari proses kromatografi ini selanjutnya akan ditentukan konsentrasinya dengan menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Pertukaran ion yang terjadi melalui proses kolom lebih sempurna serta sederhana, selain itu pada sistem kolom fasa diam dapat diregenerasi (Dorfner, 1995). Berdasarkan hal di atas maka dipelajari lebih lanjut pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai pertukaran ion dengan menggunakan sistem kolom.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu bagaimana pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai persen pertukaran ion menggunakan sistem kolom ?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam dari daerah Turen Malang yang berukuran 60-80 mesh
2. Panjang Kolom  $\pm$  2,0 cm, diameter 1,2 cm dan laju alir 1mL/menit
3. Pengaruh konsentrasi HCl untuk aktivasi zeolit pada sistem kolom berdasarkan konsentrasi HCl pada sistem batch yaitu 0,6; 0,8; 1 M.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai pertukaran ion menggunakan sistem kolom.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian yang akan dilakukan ini diharapkan dapat meningkatkan peranan zeolit sebagai fasa diam dalam kromatografi penukar kation untuk pemisahan logam yang terkandung dalam mineral.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

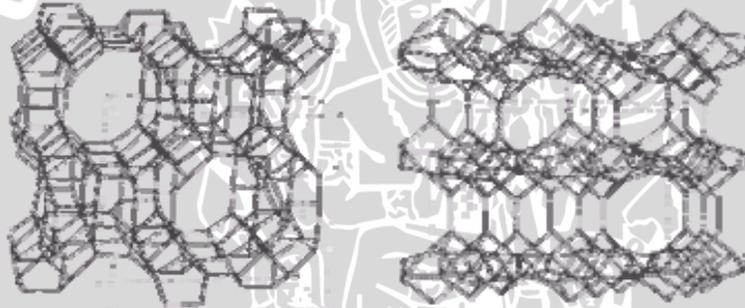


## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zeolit

Zeolit merupakan senyawa aluminosilikat terhidrasi yang terutama tersusun oleh kation-kation alkali dan alkali tanah. Jadi zeolit terdiri dari 3 (tiga) komponen yaitu kation yang dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan fase air. Ikatan Al-Si-O membentuk struktur kristal, sedangkan logam alkali tanah merupakan sumber kation yang mudah dipertukarkan. Senyawa ini berstruktur tiga dimensi dan mempunyai pori-pori atau ruang-ruang yang dapat diisi oleh kation lain atau molekul air tanpa merusak struktur zeolit. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molekul, katalisator, penukar ion dan adsorben (Rosita, 2004).

Zeolit alam turen mempunyai komposisi jenis mordenit 84,2% dan klinoptilolit 1,2%. Zeolit alam jenis mordenit tersebut mempunyai komposisi kimia terbesar adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ) 64,63%, alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 13,66%,  $\text{CaO}$  3,41%,  $\text{Na}_2\text{O}$  2,09%,  $\text{K}_2\text{O}$  2,05%. Selain itu terkandung senyawa lain seperti fieldspar ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ), kuarsa, plagioklas sebesar 11,56%. Mineral impurities yang terdapat dalam zeolit jenis mordenit dan klinoptilolit adalah mineral fieldspar, magnetit, smektit, vermikulit dan kuarsa (suryatono, 1992).



Struktur Mordenit

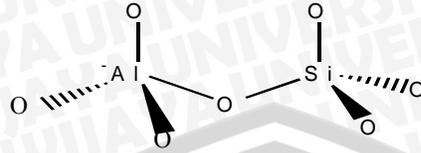
Struktur Klinoptilolit

**Gambar 2.1** Struktur mordenit dan klinoptilolit pada zeolit

Zeolit mempunyai rumus kimia oksida berdasarkan satuan sel kristal  $\text{M}_{c/n}\{(\text{AlO}_2)_c(\text{SiO}_2)_d\}b\text{H}_2\text{O}$ . Dimana  $n$  adalah valensi logam,  $b$  adalah molekul air,  $c$  dan  $d$  adalah jumlah tetrahedral alumina dan

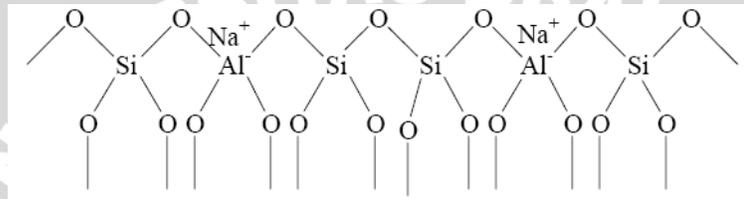
silika. Rasio d/c atau  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  bervariasi dari 1 - 5. Struktur kristal zeolit dimana semua atom Si dan Al dalam bentuk tetrahedral ( $\text{TO}_4$ ) disebut unit bangun primer (Thamzil, 1999).

Unit bangun primer adalah  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_4$  yang berbentuk tetrahedral. Seperti tercantum pada Gambar 2.2 (Anwar, 1985):



**Gambar 2.2** Struktur primer zeolit

Sedangkan struktur kerangka senyawa alumina silikat terdiri dari dua bagian yaitu bagian netral dan bagian bermuatan seperti pada Gambar 2.3 (Smart and Moore, 1992):



**Gambar 2.3** Struktur Kerangka Zeolit

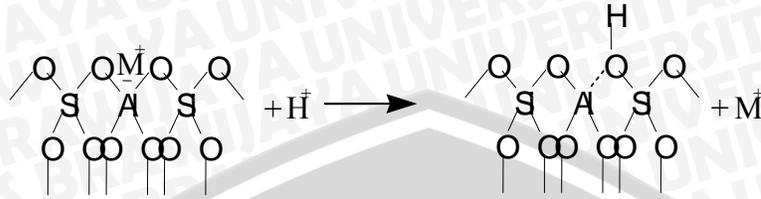
Kerangka struktur zeolit yang bersitus negatif, akan mengikat kation untuk menetralkan muatan. Kation tersebut dipertukarkan dengan kation lain sehingga zeolit berpotensi sebagai penukar kation (Barrer, 1982).

Zeolit mempunyai ciri-ciri fisik sebagai berikut berwarna putih (tidak berwarna). Terdapatnya senyawa pengotor pada zeolit menyebabkan zeolit berwarna merah muda hingga coklat kemerahan, kekuning-kuningan atau kehijau-hijauan, tergantung dari derajat ketidak murnian zeolit tersebut dan tingkat oksidasi dari  $\text{Fe}^{3+}$  (Sutarti dan Minta, 1994).

## 2.2 Aktivasi Zeolit

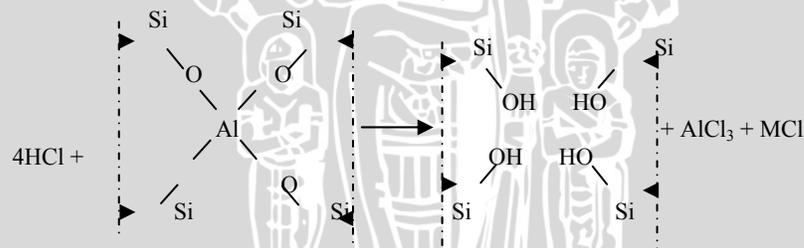
Kualitas zeolit alam dapat ditingkatkan melalui proses aktivasi. Aktivasi dapat dilakukan dengan dua cara yaitu aktivasi fisika dan

aktivasi kimia. Aktivasi secara fisika dapat dilakukan dengan jalan pemanasan (Husnaini, 1998). Sedangkan aktivasi secara kimia dapat dilakukan dengan penambahan asam sehingga zeolit menjadi bertipe-H. Reaksi pergantian ion logam yang ada dalam zeolit dengan ion hidrogen akibat dari aktivasi zeolit dengan HCl yaitu (Edward dan Rees, 1987):



**Gambar 2.4** Reaksi aktivasi zeolit dengan asam

Aktivasi dengan larutan asam dimaksudkan untuk mengganti semua kation-kation yang ada pada zeolit dengan ion  $H^+$ . Sehingga ion  $H^+$  tersebut dapat mengaktifasi permukaan zeolit. Terbentuknya zeolit yang teraktivasi ini akan mempercepat pembentukan situs asam lewis sehingga dapat menyerap kation dibandingkan dengan zeolit tanpa aktivasi (Suyartono, 1992). Selain itu, aktivasi menggunakan asam dapat membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, mengatur kembali tukar kation  $Na^+$ ,  $K^+$ , dan  $Ca^{2+}$  yang keluar dari zeolit. Hal ini disebabkan oleh semakin banyak besarnya jumlah ion  $H^+$  yang masuk kedalam struktur zeolit menggantikan logam alkali atau alkali tanah sehingga zeolit menjadi bertipe H. Pemberian suatu larutan asam mineral pada konsentrasi tertentu terhadap mineral zeolit akan menyebabkan reaksi dealuminasi yaitu keluarnya aluminium dari struktur kristal zeolit (Husnaini, 1998).



**Gambar 2.5** Reaksi dealuminasi zeolit

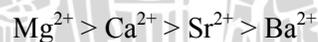
### 2.3 Pertukaran Ion

Pertukaran ion merupakan proses pertukaran kimia di mana zat yang *insoluble* memisahkan ion-ion bermuatan positif atau negatif dari larutan elektrolit dan melepaskan ion-ion bermuatan sejenis ke dalam larutan yang secara kimiawi dengan jumlahnya yang sama. Proses pertukaran ion ini tidak menyebabkan perubahan struktur fisik penukar ion (Poerwadio dan Masduqi, 2004).

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

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi pertukaran ion dari suatu mineral adalah muatan pada lapisan mineral yang disumbangkan oleh situs aktif dan muatan pada jenis ion yang dipertukarkan. Pertukaran kation dapat terjadi apabila kation yang dipertukarkan mempunyai muatan yang lebih besar dibandingkan *counter ion* pada zeolit misalnya dengan kation  $\text{Ca}^{2+}$  (Dorfner, 1995). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi nilai pertukaran ion dari suatu mineral antara lain (Anwar, 1985) :

1. Ukuran partikel  
Semakin kecil ukuran partikel dari suatu padatan mineral menyebabkan luas permukaannya menjadi semakin besar dan kemampuan untuk mengadsorpsi juga semakin besar
2. Muatan ion (kation atau anion)  
Ion yang bermuatan sama dengan jari-jari terhidrasi lebih kecil akan terikat lebih kuat, untuk logam alkali atau alkali tanah urutan tingkat kekuatan ion terhidrasi adalah (Vogel, 1994) :



3. Konsentrasi  
Semakin besar konsentrasi larutan, semakin banyak pula jumlah zat terlarut (solut) yang dapat dipertukarkan sampai terjadi kesetimbangan tertentu
4. Temperatur  
Proses pertukaran ion pada suatu mineral dapat ditingkatkan dengan jalan menaikkan temperatur, semakin tinggi temperatur diharapkan nilai tukar kation akan semakin meningkat
5. Waktu kontak  
Semakin lama waktu kontak pada saat pengocokan, maka semakin besar pula terjadinya proses pertukaran ion

### 2.3.1 Pertukaran kation dengan Sistem *batch*

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

Metode *Batch* sangat sederhana, yaitu zeolit dikontakkan dengan larutan elektrolit, diaduk dan dikocok sampai terjadi kesetimbangan pertukaran antara ion-ion logam dengan ion-ion larutan. Derajat keluasaan berlangsungnya proses ditentukan oleh tetapan kesetimbangan sistem penukar ionnya. Setelah itu penukar ion dipisahkan dari larutan dengan cara filtrasi, sentrifugasi atau pengendapan. Proses *batch* biasanya lebih dipilih walaupun waktu penyetimbangannya lama (Dorfner, 1995).

Persen pertukaran ion dapat ditentukan berdasarkan Persamaan 2.1 (Oscik dan Cooper, 1982).

$$\% \text{ pertukaran ion} = \frac{C_0 - C_s}{C_0} \times 100\% \quad (2.1)$$

Dimana :  $C_0$  = Konsentrasi larutan  $\text{Ni}^{2+}$  awal (ppm)  
 $C_1$  = Konsentrasi larutan  $\text{Ni}^{2+}$  akhir (ppm)

### 2.3.2 Pertukaran kation dengan sistem kolom

Kromatografi pertukaran kation merupakan salah satu metode pemisahan yang ditujukan untuk spesies-spesies ionik (logam). Pertukaran ion secara umum diartikan sebagai pertukaran dari ion-ion yang terdapat pada larutan yang akan dipertukarkan dengan ion yang terdapat pada zeolit. Mekanisme pertukaran kation dapat dituliskan pada Reaksi 2.2 (Sudjadi, 1988).



Terjadi pertukaran kation antara kation (ion logam) dengan kation (*counter* ion) dari zeolit sehingga mengikat kation (ion logam) dan pada saat dielusi dengan eluen pengompleks maka akan terbentuk kompleks anion sehingga dapat terlepas dari zeolit sebagai eluat dan digantikan dengan kation lain. Bila pertukaran kation melibatkan dua ion logam maka kestabilan kompleks yang terbentuk antara logam dengan eluen pengompleks menentukan logam mana yang akan terelusi terlebih dulu (Haddad, 1994).

### 2.4 Nikel

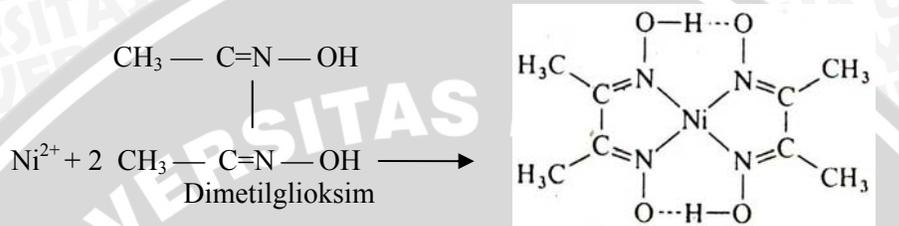
Dengan konfigurasi elektron  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4d^8 4s^2$  nikel membentuk ion nikel divalent atau  $\text{Ni}^{2+}$ . Nikel klorida merupakan kristal berwarna hijau yang larut dalam air, etanol dan ammonium hidroksida. Struktur nikel klorida biasanya dalam bentuk heksa, tetra, dan dihidrat. Kelarutan dalam air adalah 254 g/100 mL, sedangkan dalam air panas adalah 599 g/100 mL (Sax, 1987).

Logam nikel memiliki sifat kuat, dapat ditempa, serta tahan terhadap karat dan tingkat oksidasi yang tinggi. Pada umumnya logam nikel digunakan pada produk logam campuran, sehingga mendayagunakan karakteristik logam nikel yang kuat, tahan ditempa, anti karat, serta tahan terhadap temperatur rendah maupun tinggi. Sekitar dua pertiga konsumsi logam nikel di dunia barat berasal dari produsen baja nirkarat. Sisanya digunakan untuk baja campuran

rendah, campuran berbasis logam nikel, campuran berbasis tembaga, *electroplating* dan berbagai macam produk lain seperti baterai dan katalis (Anonim, 2007<sup>a</sup>).

### 2.5 Penentuan Ni(II) secara Spektrofotometri

Penentuan nikel secara kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Larutan  $\text{Ni}^{2+}$  dikomplekskan dengan dimetilglioksim ( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ) membentuk kompleks berwarna merah yang terukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm. Pembentukan kompleks nikel dimetilglioksim ditunjukkan pada Gambar 2.6 (Basset et al., 1994).



Kompleks nikel dimetilglioksim

**Gambar 2.6** Pembentukan kompleks nikel dimetilglioksim

### 2.6 HIPOTESIS

Berdasarkan tinjauan pustaka, dapat dikemukakan suatu hipotesis bahwa terdapat pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai pertukaran kation  $\text{Ni}^{2+}$  pada zeolit dengan sistem kolom.

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian dilaksanakan mulai tanggal 3 April sampai dengan 25 Juni 2008 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

### 3.2 Bahan dan Alat Penelitian

#### 3.2.1 Bahan yang digunakan

Bahan sampel yang digunakan yaitu zeolit yang digunakan berupa bongkahan yang berasal dari desa Turen Kabupaten Malang, Jawa Timur.

#### 3.2.2 Bahan kimia

Bahan kimia pro-analis yang digunakan yaitu  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{I}_2$ , KI, HCl pekat 37% (bj= 1,19 kg/L),  $\text{NH}_3$  pekat 25 % (bj= 0,91 kg/L),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05M, indikator metil merah, indikator phenolphtalein, akuades bebas mineral.

#### 3.2.3 Alat penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kolom, peralatan gelas laboratorium, neraca analitik merk Mettler AE 50, spektrofotometer merk Photomech 301-A, pengocok elektrik merk Edmund Buhler SM 25, pH meter merk Inolab, ayakan ukuran 60 dan 80 mesh, oven, botol semprot.

### 3.3 Tahap Penelitian

Tahapan penelitian adalah sebagai berikut :

1. Preparasi dan aktivasi zeolit dengan HCl
2. Penentuan panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva baku  $\text{Ni}^{2+}$
3. Penentuan konsentrasi HCl optimum terhadap pertukaran kation zeolit teraktivasi terhadap kation  $\text{Ni}^{2+}$  dengan menggunakan sistem *batch* dan kolom
4. Analisis dan pengolahan data

### 3.4 Cara kerja penelitian

#### 3.4.1 Preparasi dan Aktifasi Zeolit dengan HCl

Mengacu pada penelitian Riani (1999), bongkahan zeolit dihancurkan dan diayak dengan menggunakan ayakan ukuran 60 mesh. Zeolit yang lolos dari ayakan 60 mesh diayak kembali dengan ayakan berukuran 80 mesh. Zeolit yang tertahan pada ayakan 80 mesh dicuci dengan akua DM, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam didinginkan. Zeolit yang kering tersebut ditimbang sampai diperoleh berat konstan.

Mengacu pada penelitian Riani (1999), sebanyak 7 sampel zeolit dengan ukuran 60-80 mesh masing-masing sebanyak 10,0 g, dimasukkan erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan larutan HCl 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2 M sebanyak 100 mL. Selanjutnya dikocok selama 1 jam menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm, didiamkan kemudian disaring dan dicuci dengan akua DM sampai filtratnya netral yang ditandai dengan tidak adanya perubahan warna pada kertas lakmus. Selanjutnya zeolit dipanaskan sampai berat konstan dengan temperatur 105 °C.

#### 3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Ni(DMG) (Greenberg dkk, 1992)

Larutan Ni<sup>2+</sup> 100 ppm dipipet sebanyak 1,0 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya ditambahkan 1,0 mL ammonium sitrat, 0,5 mL larutan iodium 0,05 M dan 2,0 mL amoniakal DMG dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan didiamkan selama 10 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-560 nm dengan menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Diperoleh panjang gelombang maksimum 530 nm.

#### 3.4.3 Pembuatan Kurva Baku Ni<sup>2+</sup> (Greenberg dkk, 1992)

Pada penentuan kurva baku digunakan larutan baku pada berbagai konsentrasi yang memenuhi hukum Lambert-Beer yaitu 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 ppm yang dibuat dengan cara mengencerkan larutan Ni<sup>2+</sup> 100 ppm sebanyak 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; dan 3,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan larutan 1,0 mL ammonium sitrat, 0,5 mL larutan

iodium, dan 2,0 mL amoniakal DMG. Selanjutnya ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan didiamkan selama 10 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm. Selanjutnya, dibuat kurva hubungan antara konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y.

#### **3.4.4 Analisis Sampel $\text{Ni}^{2+}$ secara Spektrofotometri Sinar Tampak (Greenberg dkk, 1992)**

Filtrat hasil perlakuan 3.4.6 dan 3.4.7 diambil sebanyak 1,0 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan 1,0 mL ammonium sitrat, 0,5 mL iodium dan 2,0 mL amoniakal DMG. Selanjutnya ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan didiamkan selama 10 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 530 nm kemudian ditentukan konsentrasinya.

#### **3.4.5 Penentuan Konsentrasi HCl Optimum Menggunakan sistem *Batch* (Riani,1999)**

Zeolit yang telah teraktivasi hasil perlakuan 3.4.1 ditimbang 1,0 g kemudian dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 100 mL larutan  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm. Selanjutnya dilakukan pengadukan dengan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 120 menit. Setelah itu dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci sampai bebas Ni (yang ditandai dengan tidak terbentuk kompleks berwarna merah dengan DMG) serta kertas lakmus biru tidak berubah warna. Filtrat  $\text{Ni}^{2+}$  diukur pH-nya dengan menggunakan pH meter dan ditentukan konsentrasinya menurut perlakuan 3.4.4.

#### **3.4.6 Penentuan Persen Pertukaran Kation Zeolit Terhadap Kation $\text{Ni}^{2+}$ dengan Menggunakan Sistem Kolom (Harsini, 2001)**

Zeolit yang telah teraktivasi hasil perlakuan 3.4.1 ditimbang 2,0 g kemudian dimasukkan ke dalam kolom yang telah diberi glasswool dan aqua DM pada bagian bawahnya, setelah seluruh zeolit masuk bagian atas kolom ditutup dengan glasswool. Selanjutnya diatur laju alir 1 mL/menit, dialirkan larutan  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm sebanyak 100 mL ke dalam kolom dengan laju alir 1 mL/menit

yang telah ditentukan. Selanjutnya zeolit dicuci sampai bebas Ni dan kertas lakmus biru tidak berubah warna. Filtrat Ni<sup>2+</sup> diukur pH-nya dengan menggunakan pH meter dan ditentukan konsentrasinya menurut perlakuan 3.4.4.

### 3.4.7 Analisis Data

Data yang telah diperoleh dalam penelitian ini selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan metode analisis ragam pola rancangan acak lengkap sederhana, perlakuan diuji lebih lanjut dengan uji beda nyata terkecil.

**Tabel 3.1** Analisis Data

Perlakuan	Pengulangan			Total
X <sub>0</sub>	X <sub>0,1</sub>	X <sub>0,2</sub>	X <sub>0,3</sub>	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_0$
X <sub>1</sub>	X <sub>1,1</sub>	X <sub>1,2</sub>	X <sub>1,3</sub>	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_1$
X <sub>2</sub>	X <sub>2,1</sub>	X <sub>2,2</sub>	X <sub>2,3</sub>	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_2$
X <sub>3</sub>	X <sub>3,1</sub>	X <sub>3,2</sub>	X <sub>3,3</sub>	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_3$
X <sub>4</sub>	X <sub>4,1</sub>	X <sub>4,2</sub>	X <sub>4,3</sub>	$\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_4$

Untuk uji ada tidaknya pengaruh konsentrasi HCl terhadap kapasitas tukar kation Ni<sup>2+</sup> maka dilakukan uji F dengan cara sebagai berikut :

Menghitung faktor koreksi :

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

Menghitung jumlah kuadrat (JK) :

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

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

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

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 3.2** Analisis sidik ragam satu arah

Sumber Keragaman	DB	JK	KT	F <sub>hitung</sub>
Perlakuan	p-1	JK <sub>p</sub>	KT <sub>p</sub>	KT <sub>p</sub> / KT
Galat	p (n-1)	JK <sub>g</sub>	KT <sub>g</sub>	
Total	pn-1	JK <sub>t</sub>		

Keterangan :

- p = banyak perlakuan
- n = banyaknya ulangan
- dB = derajat bebas

Untuk menghitung beda nyata terhadap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol (H<sub>0</sub>) dan hipotesis alternatif (H<sub>1</sub>) sebagai berikut :

H<sub>0</sub> = tidak ada pengaruh perlakuan

H<sub>1</sub> = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

F<sub>tabel</sub> = 5,99

Jika  $F_{hitung} > 5,99$  maka  $H_0$  ditolak, berarti ada perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT).

Menentukan BNT :

$$BNT(a) = t_{tabel}(a/2; dB) \sqrt{2KT/n} \quad (3.8)$$

1. Menghitung beda rata-rata antar perlakuan
2. Menarik kesimpulan berdasarkan nilai BNT dari penelitian :
  - a.  $BNT = 0,0082$ , jika  $BNT < X_A - X_B$  maka ada beda nyata
  - b.  $BNT = 0,0082$ , jika  $BNT > X_A - X_B$  maka tidak ada beda nyata

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi dan Aktivasi Zeolit

Penghomogenan zeolit dilakukan dengan cara penumbukan bertujuan untuk mendapatkan ukuran mineral zeolit yang lebih kecil. Selanjutnya zeolit diayak menggunakan ayakan yang berukuran 60 mesh dan 80 mesh. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan serbuk zeolit dengan ukuran yang sama yaitu antara 60-80 mesh (diameter partikel 0,235-0,173 mm), karena dengan ukuran seragam diharapkan mempunyai luas permukaan yang relatif sama sehingga memiliki kemampuan yang sama dalam menukar ion yang akan dikontakkan.

Setelah diperoleh zeolit dengan ukuran 60-80 mesh dilakukan aktivasi zeolit dengan larutan HCl pada konsentrasi 0,2M; 0,4M; 0,6M; 0,8; 1,0M dan 2,0M. Hal ini bertujuan untuk melarutkan mineral-mineral pengotor (oksida logam) yang ada pada zeolit sehingga pori-pori zeolit lebih terbuka. Weber (1972) menyatakan bahwa, padatan penukar ion harus mempunyai jaringan molekuler yang terbuka untuk memudahkan ion keluar dan masuk secara bebas sehingga situs-situs di permukaan zeolit menjadi lebih aktif dengan adanya  $H^+$  yang dapat menggantikan kation-kation tertukar (alkali atau alkali tanah).

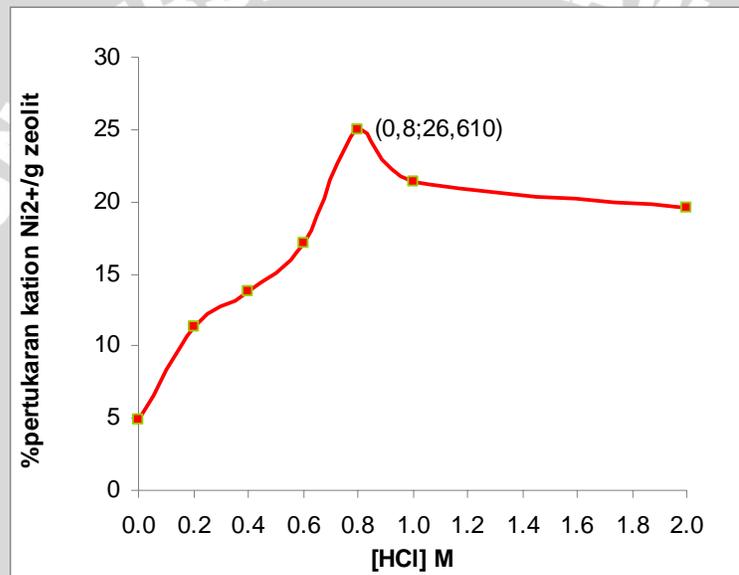
Pada proses aktivasi ini digunakan HCl, karena HCl merupakan asam kuat yang mudah terdisosiasi secara sempurna sehingga lebih efektif melepaskan ion  $H^+$  dalam larutan sehingga diharapkan ion  $H^+$  dapat menggantikan kation-kation tertukar (alkali atau alkali tanah). Pemilihan konsentrasi HCl 0,2M; 0,4M; 0,6M; 0,8; 1,0M dan 2,0M didasarkan pada penelitian zeolit yang telah dilakukan sebelumnya bahwa konsentrasi HCl tersebut merupakan range yang dapat menghasilkan nilai pertukaran kation yang baik pada zeolit. Anwar (1985) menyatakan bahwa pada konsentrasi larutan HCl 1 M dapat menyebabkan zeolit terdealuminasi. Pada zeolit yang terdealuminasi, terjadi proses hilangnya sebagian atau seluruh logam Al dalam zeolit sehingga konsentrasi HCl yang terlalu pekat akan merusak struktur dasar zeolit. Hal ini yang menyebabkan terjadinya penurunan nilai pertukaran kation.

Proses aktivasi ini dilakukan dengan pengocokan yang bertujuan untuk memberikan energi kinetik yang membantu

proses kontak antara zeolit dengan ion  $H^+$  lebih sering terjadi dan diharapkan ion  $H^+$  dapat menggantikan kation lain yang ada dalam struktur zeolit. Selanjutnya zeolit hasil aktivasi dicuci dengan akuades bebas mineral sampai pHnya netral. Kemudian zeolit dipanaskan pada temperatur  $105^{\circ}C$ , untuk menghilangkan air yang terdapat pada permukaan zeolit.

#### 4.2 Pengaruh Konsentrasi Larutan HCl yang digunakan pada Proses Aktivasi Zeolit Terhadap Nilai Persen Pertukaran Kation ( $Ni^{2+}$ ) dengan sistem *batch*

Sistem *batch* dilakukan dengan cara zeolit dikontakkan dengan  $Ni^{2+}$  300 ppm dan dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm. Penentuan nilai persen pertukaran kation ( $Ni^{2+}$ ) ditentukan secara spektrofotometri sinar tampak. Hasil persen pertukaran kation ( $Ni^{2+}$ ) dapat dilihat pada Tabel L.4.1.



**Gambar 4.1** Pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai persen pertukaran kation  $Ni^{2+}$  pada zeolit dengan sistem *batch*

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa nilai persen pertukaran kation zeolit meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl sampai diperoleh kondisi aktivasi optimum yaitu pada konsentrasi HCl 0,8 M dengan nilai nilai persen pertukaran kation sebesar 26,61%. Nilai persen pertukaran kation ini mengalami kenaikan karena semakin tinggi konsentrasi HCl yang diperlukan untuk aktivasi, maka semakin banyak jumlah ion  $H^+$  yang terikat pada zeolit. Menurut Riani, (1999) semakin pekat asam yang digunakan pada proses aktivasi memungkinkan semakin besar jumlah ion  $H^+$  yang masuk kedalam struktur zeolit, sehingga semakin besar jumlah kation  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$  yang keluar dari zeolit. Ketika  $Ni^{2+}$  dikontakkan dengan zeolit diharapkan jumlah kation  $Ni^{2+}$  yang masuk ke dalam zeolit setara dengan jumlah ion  $H^+$  yang dipertukarkan, sehingga dapat meningkatkan nilai persen pertukaran kationnya. Setelah diperoleh konsentrasi HCl optimum (0,8 M) nilai persen pertukaran kation mengalami penurunan pada konsentrasi HCl 1 M dan 2 M. Hal ini disebabkan zeolit yang teraktivasi pada konsentrasi tersebut dimungkinkan telah terjadi dealuminasi yaitu lepasnya logam Al pada struktur zeolit yang mengakibatkan rusaknya struktur kerangka zeolit serta terbentuknya  $AlCl_3$  (Gambar 2.5) yang diperkirakan dapat menutupi permukaan zeolit sehingga mengganggu proses pertukaran kation.

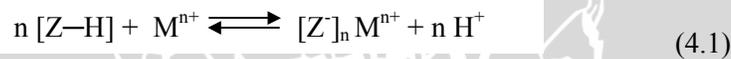
Data kenaikan nilai persen pertukaran kation  $Ni^{2+}$  dapat didukung dengan data pH yang tersaji pada Tabel L.4.2. Berdasarkan Tabel L.4.2 dapat diketahui adanya penurunan pH filtrat zeolit hasil aktivasi setelah kontak dengan  $Ni^{2+}$  sampai konsentrasi HCl 0,8 M. Hal ini menunjukkan terjadi proses pertukaran kation antara ion  $H^+$  pada zeolit dengan kation logam  $Ni^{2+}$ . Serta menunjukkan bahwa ada ion  $H^+$  yang dilepaskan ke fasa ruah, sehingga kondisinya akan semakin asam. Akan tetapi pada aktivasi zeolit dengan konsentrasi HCl 1 M (pH 4,71) dan 2 M (pH 4,78) mengalami kenaikan nilai pH. Hal ini disebabkan oleh adanya sebagian  $H^+$  yang tertahan pada permukaan zeolit serta terbentuknya  $AlCl_3$  yang menutupi permukaan zeolit mengakibatkan terganggunya proses pertukaran kation.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah yang tersaji pada Tabel L.5.4 dapat diketahui bahwa nilai  $F_{hitung} > F_{tabel}$  artinya terdapat pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai pertukaran kation  $Ni^{2+}$  pada zeolit teraktivasi asam ( $\alpha = 1\%$ ).

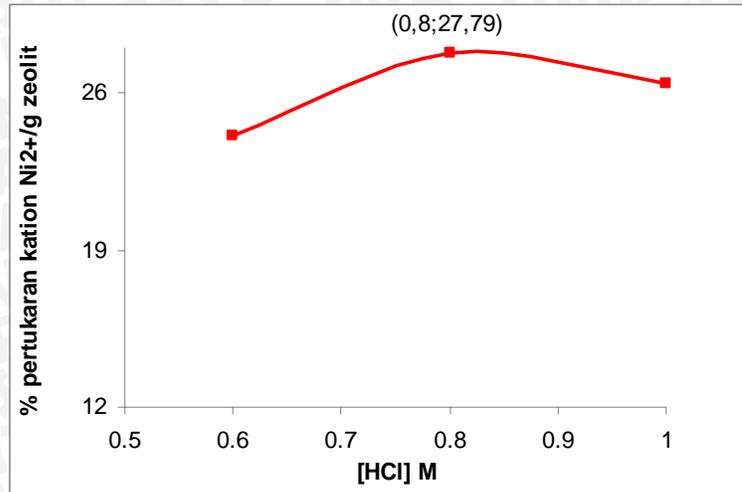
### 4.3 Pengaruh Konsentrasi Larutan HCl yang digunakan pada Proses Aktivasi Zeolit Terhadap Nilai Persen Pertukaran Kation ( $\text{Ni}^{2+}$ ) dengan sistem kolom

Sistem kolom dilakukan dengan cara mengalirkan larutan  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm sebanyak 100 mL ke dalam kolom dengan laju alir 1mL/menit. Eluat yang keluar dari kolom ditampung dan ditentukan konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  sisa secara spektrofotometri sinar tampak dengan reagen DMG. Pada metode kolom, pertukaran ion dilakukan pada zeolit teraktivasi HCl pada konsentrasi HCl 0,6 M; 0,8 M dan 1M. Hal ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi HCl optimum pada sistem kolom. Data nilai persen pertukaran kation dengan menggunakan metode kolom dapat dilihat pada Tabel L.4.3.

Pada zeolit yang telah diaktivasi ion  $\text{H}^+$  bertindak sebagai *counter ion* yang dapat ditukarkan dengan kation  $\text{Ni}^{2+}$ . Pertukaran ion terjadi ketika kation  $\text{Ni}^{2+}$  berinteraksi dengan ion  $\text{H}^+$  yang ada pada permukaan aktif zeolit. Sehingga terjadi pertukaran ion dimana ion  $\text{H}^+$  digantikan dengan kation  $\text{Ni}^{2+}$ . Ion  $\text{H}^+$  dapat digantikan oleh kation  $\text{Ni}^{2+}$  karena ion  $\text{H}^+$  memiliki muatan dan ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan kation  $\text{Ni}^{2+}$ . Pertukaran ion  $\text{H}^+$  dari HCl dengan logam-logam yang terikat pada kerangka zeolit dapat memperluas pori-pori dalam zeolit. Luasnya pori-pori zeolit tersebut memudahkan kation  $\text{Ni}^{2+}$  yang mempunyai jari-jari lebih besar yaitu 1,55 Å yang berasal dari larutan Ni(II) akan masuk ke dalam kerangka zeolit menggantikan  $\text{H}^+$  dan terikat pada situs negatif kerangka zeolit. Dorfner (1991) menyatakan bahwa pertukaran kation semakin mudah terjadi jika muatan ion yang dipertukarkan semakin besar. Reaksi pertukaran kation dapat dituliskan Persamaan 4.1.



dimana : Z = situs aktif pada zeolit  
 H = ion hidrogen  
 M = kation logam ( $\text{Ni}^{2+}$ )  
 n = bilangan muatan kation



**Gambar 4.2** Pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit dengan sistem kolom.

Berdasarkan Gambar 4.2 terjadi kenaikan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> sampai konsentrasi HCl 0,8 M. Kenaikan ini disebabkan semakin tinggi konsentrasi HCl yang diperlukan untuk aktivasi, maka semakin banyak situs aktif yang terikat pada zeolit. Sehingga dapat meningkatkan nilai persen pertukaran kationnya. Pertukaran ion yang sempurna terjadi ketika seluruh ion H<sup>+</sup> dapat digantikan dengan kation Ni<sup>2+</sup>. Hal ini diketahui dengan keluarnya eluat yang bersifat netral, yaitu sudah tidak ada lagi Ni<sup>2+</sup> yang keluar serta pH nya netral.

Dofner (1991) menyatakan bahwa pertukaran ion terjadi akibat adanya gradien konsentrasi pada *counter* ion (H<sup>+</sup>) yang lebih besar dibandingkan dengan kation yang akan dipertukarkan, maka perbedaan gradien konsentrasi ini yang akan menyebabkan adanya gaya dorong ion H<sup>+</sup> pada zeolit menuju fasa gerak yang akan digantikan dengan kation Ni<sup>2+</sup>.

Underson (1991) menyatakan bahwa, reaksi pertukaran ion dapat didefinisikan sebagai reaksi pertukaran yang reversibel antara ion yang terdapat pada fasa padat (penukar ion) dengan ion dalam fasa

larutan. Pada proses pertukaran ion zeolit, akan terjadi proses pertukaran ion yaitu ion  $H^+$  yang digantikan oleh kation  $Ni^{2+}$ .

Data kenaikan nilai pertukaran  $Ni^{2+}$  dapat didukung dengan data pH yang tersaji pada Tabel L.4.4. Berdasarkan Tabel L.4.4 dapat diketahui adanya penurunan pH eluat zeolit hasil aktivasi setelah kontak dengan  $Ni^{2+}$  sampai konsentrasi HCl 0,8 M. Hal ini menunjukkan terjadi proses pertukaran kation antara ion  $H^+$  pada zeolit dengan kation  $Ni^{2+}$ . Serta menunjukkan bahwa ada ion  $H^+$  yang dilepaskan ke fasa gerak, sehingga kondisinya akan semakin asam. Akan tetapi pada aktivasi 1 M (pH 4,45) mengalami kenaikan nilai pH. Hal ini disebabkan zeolit yang teraktivasi pada konsentrasi tersebut dimungkinkan telah terjadi dealuminasi yaitu lepasnya logam Al pada struktur zeolit yang mengakibatkan rusaknya struktur kerangka zeolit (Gambar 2.5) sehingga mengganggu proses pertukaran kation.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah yang tersaji pada Tabel L.6.4, dapat diketahui bahwa nilai  $F_{hitung} > F_{tabel}$  artinya terdapat pengaruh konsentrasi HCl terhadap nilai tukar kation pada zeolit teraktivasi asam. Hal ini menunjukkan bahwa setiap konsentrasi yang digunakan untuk proses pertukaran kation memberikan nilai pertukaran kation yang berbeda dengan kesalahan 1 %.



## BAB V KESIMPULAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi HCl untuk aktivasi zeolit berpengaruh terhadap persen pertukaran kation  $\text{Ni}^{2+}$  dengan menggunakan sistem kolom. Pada sistem kolom konsentrasi HCl optimum pada 0,8 M dengan nilai persen pertukaran kation  $\text{Ni}^{2+}$  sebesar 27,79 %.

### 5.2 Saran

Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penentuan nilai persen pertukaran kation mineral zeolit alam Turen dengan memvariasi jumlah zeolit maupun konsentrasi larutan  $\text{Ni}^{2+}$  yang akan dipertukarkan. Serta penggunaan zeolit dalam aplikasinya dengan menggunakan sistem kolom.



## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2007<sup>a</sup>. Nikel. <http://ms.wikipedia.org/wiki/Nikel>. diakses tanggal 27 Oktober 2007.
- Alloway, B. J. 1990. Heavy Metal in Soils, John Willey dan Sons. New york.
- Anwar, K.P. 1985. Prospek Pemakaian Zeolit Bayah Sebagai Penyerap  $\text{NH}_4^+$  Dalam Limbah, dalam Laporan Teknik Pengembangan No. 69, DPE. Dirjen Pertambangan Umum PPTM. Bandung. hal 2-10.
- Barrer, R.M. 1982. Hydrathermal Chemistry of Zeolit. Academic Press. London. pp. 294-300.
- Basset, J. 1994. Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Alih Bahasa Pudjaatmaka. H.A. dan Setiono. L. Buku Kedokteran EGC. Jakarta. hal. 192, 558.
- Dorfner, K. 1991. Ion Exchanger. Walter de Gruyter & Co. Berlin. pp. 496-504
- Dorfner, K., dan Hartono, A. 1995. Iptek Penukar Ion. Penerbit Andi Offset. Jakarta. hal 142-143, 145.
- Edward, F.T. Lee dan Lovat V.C. Rees. 1987. Dealumination of Sodium Y Zeolit with Hydrochoric Acid. Physical Chemistry Laboratories. Imperial College of Science and Technology. London SW7 2AY. hal.1531-1533.
- 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.
- Haddad, P.R., dan Jacson, P.E.. 1994. Ion Chromatography : Principles and Appllication. Elsevier science Publisher,B.V. Amsterdam.

- Harsini, M. 2001. Zeolit-H Untuk Menghilangkan Kation Pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) Pada Analisis Fosfat Secara Spektrofotometri. *J. Penelitian Medika Eksakta*. Fakultas MIPA. Universitas Airlangga. Surabaya. Vol. 2 No. 3, 259-269.
- Husnaini dan Suryatono. 1998. Percontohan Pengolahan Zeolit Bayah, Laporan Pengolahan, No.29. Departemen Pertambangan dan Energi. Dirjen Pertambangan dan Energi. Dirjen Pertambangan Umum. PPTM Bandung, hal 32-38.
- Ismaryata, 1999. The Study Of Acidil Washing Temperature And Calcination Effect On Modification Process Of Natural Zeolite As An Anion Exchanger. *Journal Sci, and math*. Indonesia. *J Phy chem*, volume 7, seri khusus, hal 92-31.
- Oscik, J. dan Copper, I.I. 1982. Adsorption. John Wiley and Sons. New York. hal.109-111.
- Poerwadio, A.D. dan Masduqi, A., 1994, Penurunan Kadar Besi oleh Media Zeolit Alam Ponorogo secara Kontinyu, *Jurnal Purifikasi*, Vol.5, No.4, hal. 169-174
- Riani, B. 1999. Pengaruh HCl Pada Aktivasi Zeolit Alam Turen Terhadap Kapasitas Tukar Kation  $Ca^{2+}$  dan  $Mg^{2+}$ . *Skripsi*. Fakultas MIPA. Jurusan Kimia. Universitas Brawijaya. Malang. hal. 21,30.
- Rivai, H. 1995. Asas Pemeriksaan Kimia. Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press). Jakarta. hal 49-55, 117, 135.
- Rosita, M. 2004. Pengaruh Perbedaan Metode Aktivasi terhadap efektifitas Zeolit Sebagai Adsorben, *J. Zeolit Ind.* <http://www.jurnal.unair.ac.id/login/jurnal/filer/MFA-4-1-05.pdf>.
- Ruiz, R. 1996. Modification Of Different Grades Of Korean Natural Zeolites For Increasing Cation Exchange Capacity.

Departement of Resources Plant Science. Joongbu University. South Korea, pp.312-328.

Sax, N. I. dan Lewis, R. J. 1987. Hawleys Condensed Chemical Dictionary. 11<sup>th</sup> Edition. *Van Nostrand Reinhold Co.* New York.

Smart, L., dan Moore E. 1992. Solid State Chemistry An Introduction. Chapman and Hall. 2-6 Boundary Row. London. hal 183-205.

Sudjadi. 1988. Metode Pemisahan. Kanisius. Yogyakarta. hal 140.

Sutarti, M. dan Minta, R. 1994. Zeolit Tinjauan Literatur. Edisi 1. PDII. Jakarta. hal. 1-45.

Suyartono. 1992. Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit dalam Buletin PPTM. vol 13. No.4. Bandung.

Thamzil dan Gunandjar. 1999. Pemanfaatan Mineral Alam Zeolit untuk Mendukung Pelestarian Lingkungan. <http://digilib.unikom.ac.aid/go.php?id=jbptitbppgdl-proc-1999-melia-1082-zeolit-15k>. tanggal akses : 27 Oktober 2007.

Vogel, A., I. 1994. Buku Ajar Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Edisi 4. Alih Bahasa Drs. R Soentoro. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.

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

## Lampiran 1. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

### L.1.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Ni(II)

#### L.1.1.1 Pembuatan Larutan Ni(II) 300 ppm sebanyak 1000 mL

Untuk membuat larutan stok  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm sebanyak 1000 mL maka :

$$\begin{aligned} W_{\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \left[ \frac{\text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ni}} \times \frac{300 \text{ mg}}{\text{L}} \times 1\text{L} \right] \\ &= \frac{237,71 \text{ g/mol}}{58,71 \text{ g/mol}} \times 300 \text{ mg} \\ &= 1,2147 \text{ gram} \end{aligned}$$

Ditimbang 1,2147 gram  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan akuades sebanyak 100 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

#### L.1.1.2 Pembuatan Larutan Ni(II) 100 ppm sebanyak 100 mL

Dipipet 33,3 mL larutan stok Ni(II) 300 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

### L.1.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan HCl 2M

BJ HCl = 1,19 g/mL  
Kadar HCl pekat = 37%  
BM HCl pekat = 36,458 g/mol  
maka, konsentrasi HCl pekat adalah

$$\begin{aligned} [\text{HCl}] &= \frac{\text{BJ}}{\text{BM}} \times \text{kadar}(\%) \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,458 \text{ g/mol}} \times 0,37 \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 12,0769 \text{ mol/L} \\ &= 12,0769 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Pengenceran : } V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 12,0679 \text{ M} &= 250\text{mL} \times 2 \text{ M} \\
 V_1 &= 500 \text{ mL} / 12,0679 \\
 V_1 &= 41,43 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet 41,43 mL larutan HCl pekat (12,0679 M) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 2500 mL yang telah berisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

Larutan HCl dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1 M dibuat dengan mengencerkan masing-masing 10; 20; 30; 40 dan 50 mL HCl 2 M dalam labu ukur hingga volume akhir 100 mL.

Konsentrasi Larutan HCl	Volume Larutan HCl 2 M yang dibutuhkan (mL)
0,2	25
0,4	50
0,6	75
0,8	100
1	125

### L.1.3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0,05 M 100 mL

$$\text{BE Na}_2\text{CO}_3 = 106 \text{ gram/ekiv}$$

Perhitungan :

$$\text{Mol Na}_2\text{CO}_3 = N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \text{volume}$$

$$\frac{\text{Massa Na}_2\text{CO}_3}{\text{BE Na}_2\text{CO}_3} = N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \text{volume}$$

$$\text{massa Na}_2\text{CO}_3 = N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \text{volume} \times \text{BE NaOH}$$

$$\text{massa Na}_2\text{CO}_3 = 0,05 \text{ ekiv/L} \times 0,1 \text{ L} \times 106 \text{ gram/ekiv}$$

$$\text{massa Na}_2\text{CO}_3 = 0,53 \text{ gram}$$

Ditimbang 0,53 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan

secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

#### **L.1.4 Larutan ammonium sitrat**

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

#### **L.1.5 Larutan amoniakal dimetilgliksim**

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

#### **L.1.6 Larutan iodium**

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



## Lampiran 2. Standarisasi Larutan

### L.2.1 Standarisasi Larutan HCl

Ditimbang 5,3016 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  anhidrat, dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades. Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Dipipet 5 mL larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan pipet volum, ditambah 10 mL akuades, ditambah 2-3 tetes indikator metil merah dan dititrasi dengan HCl hingga terjadi perubahan warna.

**Tabel L.2.1** Penentuan konsentrasi HCl

No.	V $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (mL)	[ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ] (M)	V HCl (mL)	[HCl] (M)
1	5	0,5002	2,50	2,001
2	5	0,5002	2,50	2,001
[HCl] Rata-rata (M)				2,001



$$[\text{Na}_2\text{CO}_3] = n / V$$

$$= 0,5002 \text{ M}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{CO}_3 = M \times V$$

$$= 0,5002 \text{ M} \times 5 \text{ mL}$$

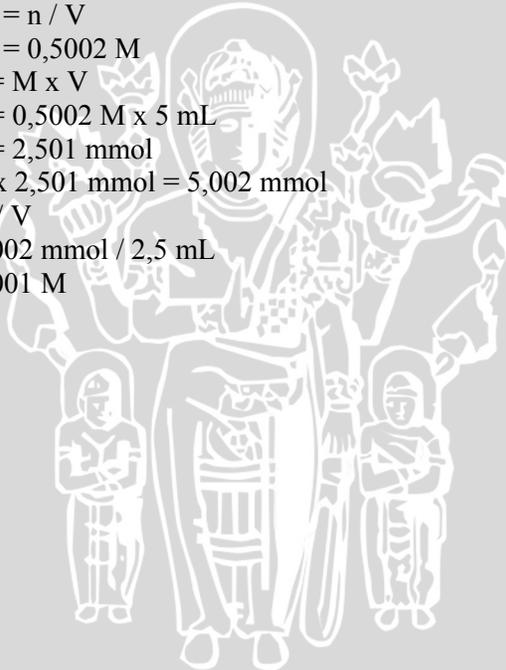
$$= 2,501 \text{ mmol}$$

$$\text{Mol HCl} = 2/1 \times 2,501 \text{ mmol} = 5,002 \text{ mmol}$$

$$\text{Jadi, } [\text{HCl}] = n / V$$

$$= 5,002 \text{ mmol} / 2,5 \text{ mL}$$

$$= 2,001 \text{ M}$$



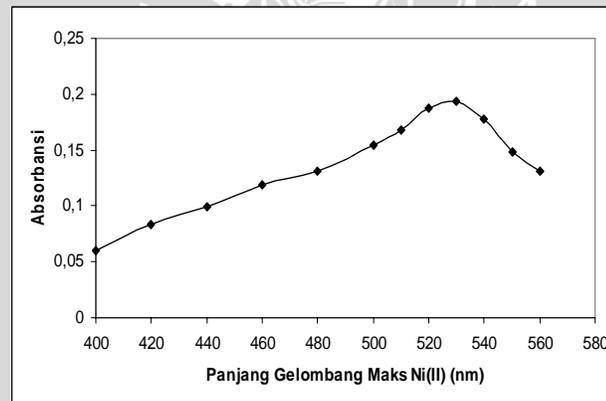
### Lampiran 3. Penentuan $\lambda$ maks dan Penentuan Kurva Baku Larutan $\text{Ni}^{2+}$

#### L.3.1 Penentuan $\lambda$ maks

**Tabel L.3.1** Data absorbansi larutan  $\text{NiCl}_2$  dengan konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  2 ppm pada berbagai panjang gelombang

$\lambda$ (nm)	Absorbansi		Rata-rata
	1	2	
400	0,0655	0,0555	0,0605
420	0,0862	0,0809	0,0836
440	0,1024	0,0969	0,0997
460	0,1249	0,1135	0,1192
480	0,1367	0,1249	0,1308
500	0,1612	0,1487	0,1550
510	0,1739	0,1612	0,1676
520	0,1938	0,1805	0,1872
530*	0,1871	0,1871	0,1871
540	0,1805	0,1739	0,1772
550	0,1549	0,1427	0,1488
560	0,1367	0,1249	0,1308

Keterangan \* = panjang gelombang maksimum



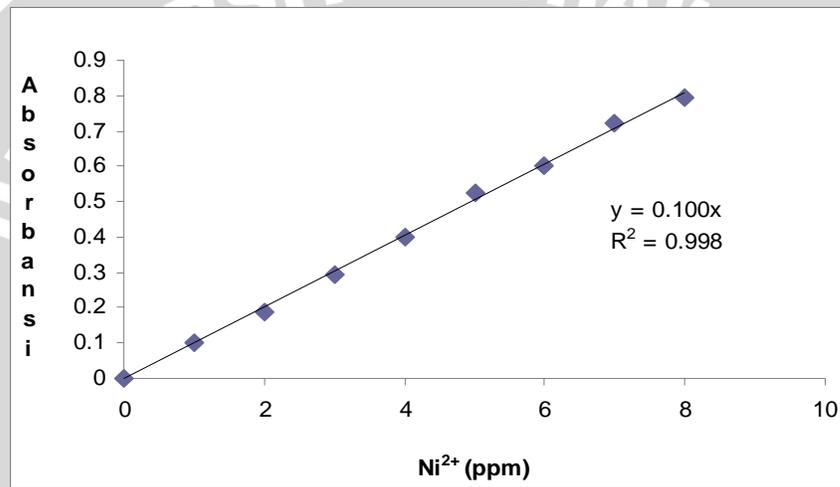
**Gambar L.3.1** Kurva absorbansi larutan  $\text{NiCl}_2$  dengan konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  2 ppm pada berbagai panjang gelombang (400-560 nm)

### L.3.2 Penentuan Regresi Linier Larutan Standar Ni<sup>2+</sup>

Tabel L.3.2 Hasil pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Ni<sup>2+</sup>

[Ni <sup>2+</sup> ] ppm (X)	Absorbansi (Y)
0	0,000
1	0,102
2	0,187
3	0,292
4	0,398
5	0,523
6	0,602
7	0,721
8	0,795

Persamaan Kurva Standar :  $y = 0,100x$  ;  $R^2 = 0,998$



Gambar L.3.2 Kurva Baku Ni<sup>2+</sup> pada panjang gelombang maksimum 530 nm

#### Lampiran 4. Penentuan Konsentrasi HCl optimum zeolit

Tabel L.4.1 Data  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm tertukar setelah dikontakkan dengan zeolit dengan larutan HCl menggunakan sistem *batch*

[HCl]	[ $\text{Ni}^{2+}$ ] awal (ppm)	Absorbansi (A)			[ $\text{Ni}^{2+}$ ] dalam filtrat (ppm)			% [ $\text{Ni}^{2+}$ ] tertukar			% [ $\text{Ni}^{2+}$ ] tertukar rata-rata
		(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)	
0	301	0,2291	0,2291	0,2291	114,55	114,55	114,55	4,86	4,86	4,86	4,86
0,2	301	0,2147	0,2147	0,2111	107,35	107,35	105,55	10,84	10,84	12,33	11,34
0,4	301	0,2076	0,2076	0,2076	103,80	103,80	103,80	13,78	13,78	13,78	13,78
0,6	301	0,2007	0,1972	0,2007	100,35	98,60	100,35	16,65	18,11	16,65	17,14
0,8	301	0,1805	0,1805	0,1805	90,25	90,25	90,25	25,04	25,04	25,04	25,04
1	301	0,1871	0,1871	0,1871	93,55	93,55	96,90	22,30	22,30	19,52	21,37
2	301	0,1938	0,1938	0,1938	96,90	96,90	96,90	19,52	19,52	19,52	19,52

Perhitungan  $[Ni^{2+}]$  dalam filtrat :

$$\begin{aligned}
 Cs &= \frac{A}{a} \times \text{faktor pengenceran} \\
 &= \frac{0,2291}{0,100} \times \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \\
 &= 114,55 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Perhitungan %  $Ni^{2+}$  total ( $Ni^{2+}$  tertukar dan terserap) :

$$\begin{aligned}
 [Ni^{2+}] \text{ tertukar} &= \frac{(301 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}) - (114,55 \text{ mg/L} \times 0,25 \text{ L})}{(301 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L})} \times \frac{1}{1 \text{ g}} \\
 &= 4,86 \%
 \end{aligned}$$

Dihitung dengan cara yang sama untuk  $[Ni^{2+}]$  tertukar pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari  $[Ni^{2+}]$  tertukar rata rata.

**Tabel L.4.2** Data perubahan pH filtrat sebelum dan sesudah dikontak dengan  $Ni^{2+}$

[HCl] (M)	pH awal $Ni^{2+}$	pH akhir $Ni^{2+}$ setelah kontak dengan zeolit	$\Delta$ pH
0,0	6,85	6,73	0,12
0,2	6,85	5,97	0,88
0,4	6,85	4,85	2,00
0,6	6,85	4,80	2,05
<b>0,8</b>	<b>6,85</b>	<b>4,62</b>	<b>2,23</b>
1,0	6,85	4,71	2,14
2,0	6,85	4,78	2,07

**Tabel L.4.3** Data larutan  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm tertukar setelah dikontakkan dengan zeolit dengan larutan HCl menggunakan sistem kolom

[HCl]	[ $\text{Ni}^{2+}$ ] awal (ppm)	Absorbansi (A)			[ $\text{Ni}^{2+}$ ] dalam filtrat (ppm)			% [ $\text{Ni}^{2+}$ ] tertukar			% [ $\text{Ni}^{2+}$ ] tertukar rata-rata
		(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)	(1)	(2)	(3)	
<b>0,6</b>	301	0,1278	0,1249	0,1249	63,90	62,45	62,45	24,06	24,06	24,06	24,06
<b>0,8</b>	301	0,1079	0,1079	0,1051	53,95	53,95	52,55	27,59	27,59	28,18	27,79
<b>1</b>	301	0,1135	0,1135	0,1135	56,75	56,75	56,75	26,43	26,43	26,43	26,43

Perhitungan  $[\text{Ni}^{2+}]$  dalam filtrat :

$$\begin{aligned} C_s &= \frac{A}{a} \times \text{faktor pengenceran} \\ &= \frac{0,1278}{0,100} \times \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \\ &= 63,9 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Perhitungan %  $\text{Ni}^{2+}$  total ( $\text{Ni}^{2+}$  tertukar dan terserap):

$$\begin{aligned} \% \text{Ni}^{2+} \text{ tertukar} &= \frac{(301 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}) - (63,9 \text{ mg/L} \times 0,25 \text{ L})}{(301 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L})} \times 100\% \times \frac{1}{2 \text{ g}} \\ &= 24,06 \% \end{aligned}$$

Dihitung dengan cara yang sama untuk %  $[\text{Ni}^{2+}]$  tertukar pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari %  $[\text{Ni}^{2+}]$  tertukar rata rata.

**Tabel L.4.4** Data perubahan pH filtrat sebelum dan sesudah dikontak dengan  $\text{Ni}^{2+}$

[HCl] (M)	pH awal $\text{Ni}^{2+}$	pH akhir $\text{Ni}^{2+}$ setelah kontak dengan zeolit	$\Delta\text{pH}$
0,6	6,85	4,48	2,37
<b>0,8</b>	<b>6,85</b>	<b>4,43</b>	<b>2,43</b>
1,0	6,85	4,45	2,40

**Lampiran 5. Uji Statistik Penentuan Konsentrasi HCl Optimum pada Nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan menggunakan sistem batch**

**Tabel L.5.1** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem batch

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar			Total	% Ni <sup>2+</sup> tertukar rata-rata
	(1)	(2)	(3)		
0.0	4,86	4,86	4,86	14,58	4,86
0.2	10,84	10,84	12,33	34,01	11,34
0.4	13,78	13,78	13,78	41,34	13,78
0.6	16,65	18,11	16,65	51,41	17,14
0.8	25,04	25,04	25,04	75,12	25,04
1.0	22,30	22,30	19,52	64,12	21,37
2.0	19,52	19,52	19,52	58,56	19,52
<b>Total</b>	<b>112,99</b>	<b>114,45</b>	<b>111,7</b>	<b>339,14</b>	<b>113,05</b>

$$FK = \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{(339,14)^2}{21} = 5476,949$$



**Tabel L.5.2** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem *batch*

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar <sup>2</sup>			Total
	(1)	(2)	(3)	
0,0	23,62	23,62	23,62	70,86
0,2	117,51	117,51	152,03	387,04
0,4	189,89	189,89	189,89	569,66
0,6	277,22	327,97	277,22	882,42
0,8	627,00	627,00	627,00	1881,00
1,0	497,29	497,29	381,03	1375,61
2,0	381,03	381,03	381,03	1143,09
	<b>Total</b>			<b>6309,69</b>

$$\begin{aligned}
 JK \text{ total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - FK \\
 &= 6309,69 - 5476,949 \\
 &= 832,741
 \end{aligned}$$



**Tabel L.5.3** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem *batch*

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar			Total	Total <sup>2</sup>
	(1)	(2)	(3)		
0,0	4,86	4,86	4,86	14,58	212,58
0,2	10,84	10,84	12,33	34,01	1156,68
0,4	13,78	13,78	13,78	41,34	1208,99
0,6	16,65	18,11	16,65	51,41	2642,99
0,8	25,04	25,04	25,04	75,12	5643,01
1,0	22,30	22,30	19,52	64,12	4111,37
2,0	19,52	19,52	19,52	58,56	3429,27
<b>Total</b>				339,14	18904,90

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

$$= \frac{18904,90}{3} - 5476,949$$

$$= 824,68$$

$$JK \text{ galat} = JK \text{ total} - JK \text{ perlakuan}$$

$$= 832,741 - 824,68$$

$$= 8,06$$

Sumber	Db	JK	KT	F <sub>hitung</sub>	F <sub>tabel</sub>
Keragaman Perlakuan	6	824,68	137,45	701,8241	4,46
Galat	14	8,06	0,575		
Total	20	832,74			

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

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

$f_2$  = derajat bebas galat

Karena  $F_{hitung}$  lebih besar dari pada  $F_{tabel}$  pada taraf nyata 1% berarti masing-masing perlakuan sangat berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) pada taraf nyata 1%

$$\begin{aligned} \text{BNT (1\%)} &= t_{tabel} \left( \left( \frac{0,01}{2} \right); \text{dbgalat} \right) \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}} \\ &= t_{tabel} (0,005 ; 14) \times \sqrt{\frac{2 \times 0,575}{3}} \\ &= 2,977 \times 0,619 \\ &= 1,843 \end{aligned}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Tabel L.5.4 Uji Beda Nyata Terkecil

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar rata-rata							
	4,86	11,34	13,78	17,14	25,04	21,37	19,52	
<b>0,0</b>	4,86	0	6,48*	8,92*	12,28*	20,18*	16,51*	14,66*
<b>0,2</b>	11,34		0	2,44*	5,80*	13,70*	10,03*	5,81*
<b>0,4</b>	13,78			0	3,36*	11,26*	7,59*	5,74*
<b>0,6</b>	17,14				0	7,90*	4,23*	2,38*
<b>0,8</b>	25,04					0		
<b>1,0</b>	21,37						0	
<b>2,0</b>	19,52							0

Keterangan : \* = sangat berbeda nyata pada taraf 1%

**Lampiran 6. Uji Statistik Penentuan Konsentrasi HCl Optimum pada Nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan menggunakan sistem kolom**

**Tabel L.6.1** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem kolom

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar			Total	% Ni <sup>2+</sup> total rata-rata
	(1)	(2)	(3)		
0,6	24,06	24,06	24,06	72,18	24,06
0,8	27,59	27,59	28,18	83,36	27,79
1,0	26,43	26,43	26,43	79,29	26,43
<b>Total</b>				234,83	78,28

$$FK = \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{(234,83)^2}{9} = 6127,24$$

**Tabel L.6.2** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation Ni<sup>2+</sup> pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem kolom

[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar <sup>2</sup>			Total
	(1)	(2)	(3)	
0,6	578,88	578,88	578,88	1736,64
0,8	761,21	761,21	794,11	2316,53
1,0	698,54	698,54	698,54	2095,62
<b>Total</b>				6148,79

$$\begin{aligned}
 \text{JK total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - \text{FK} \\
 &= 6148,81 - 6127,24 \\
 &= 21,57
 \end{aligned}$$

**Tabel L.6.3** Hasil penentuan nilai persen pertukaran kation  $\text{Ni}^{2+}$  pada zeolit teraktivasi dengan larutan HCl menggunakan sistem kolom

[HCl]	% $\text{Ni}^{2+}$ tertukar			Total	Total <sup>2</sup>
	(1)	(2)	(3)		
0.6	24,06	24,06	24,06	72,18	5209,95
0.8	27,59	27,59	28,18	83,36	6948,89
1.0	26,43	26,43	26,43	79,29	6286,90
<b>Total</b>				239,59	18445,74

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - \text{FK} \\
 &= \frac{18445,74}{3} - 6127,24 \\
 &= 21,34
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 21,57 - 21,34 \\
 &= 0,23
 \end{aligned}$$

Sumber	Db	JK	KT	F <sub>hitung</sub>	F <sub>tabel</sub>
Keragaman Perlakuan	6	21,34	3,56	208,2869	4,46
Galat	14	0,23	0,016		
Total	20	21,57			

$$\begin{aligned}
 F_{\text{tabel}} &= (f_1, f_2) \\
 f_1 &= \text{derajat bebas perlakuan}
 \end{aligned}$$

$f_2$  = derajat bebas galat

Karena  $F_{hitung}$  lebih besar dari pada  $F_{tabel}$  pada taraf nyata 1% berarti masing-masing perlakuan sangat berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) pada taraf nyata 1%

$$\begin{aligned} \text{BNT (1\%)} &= t_{tabel} \left( \left( \frac{0,01}{2} \right); \text{dbgalat} \right) \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}} \\ &= t_{tabel} (0,005 ; 14) \times \sqrt{\frac{2 \times 0,016}{3}} \\ &= 2,977 \times 0,1032 \\ &= 0,3075 \end{aligned}$$

**Tabel L.6.4** Uji Beda Nyata Terkecil

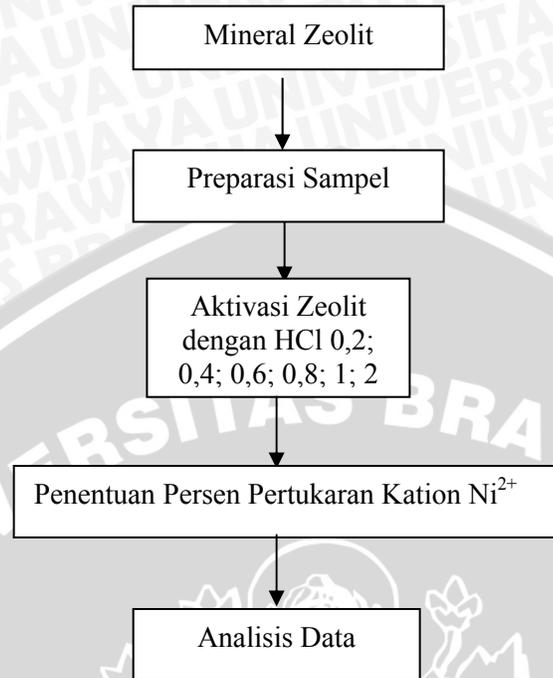
[HCl]	% Ni <sup>2+</sup> tertukar rata-rata		
	24,06	27,79	26,43
<b>0,6</b>	24,06	0	3,73*
<b>0,8</b>	27,79		0
<b>1</b>	26,43		0

Keterangan : \* = sangat berbeda nyata pada taraf 1%

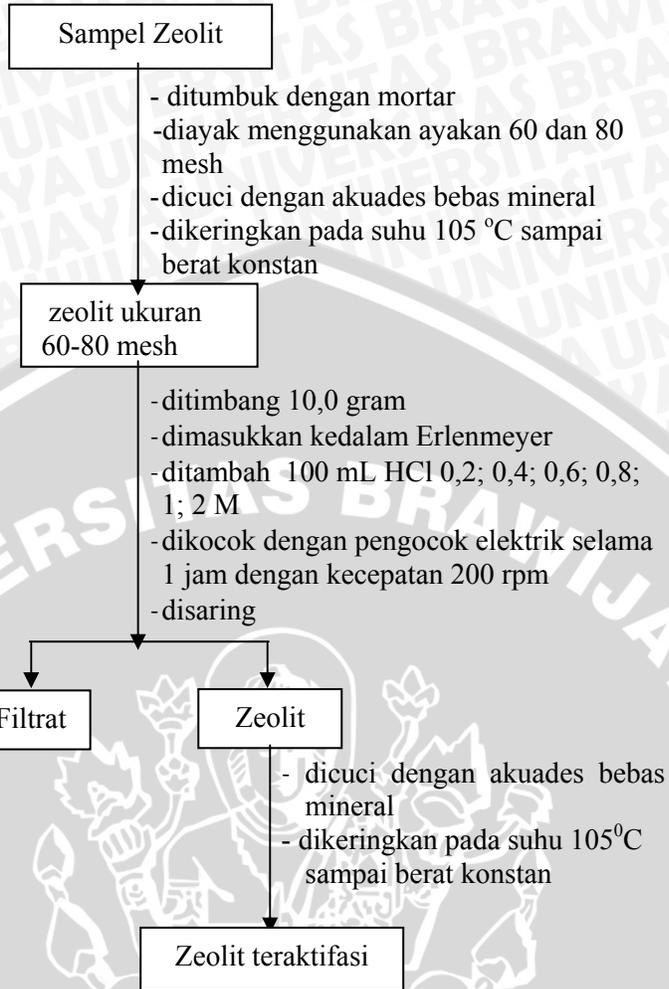


## Lampiran 7. Diagram Alir

### L.7.1 Tahapan Penelitian

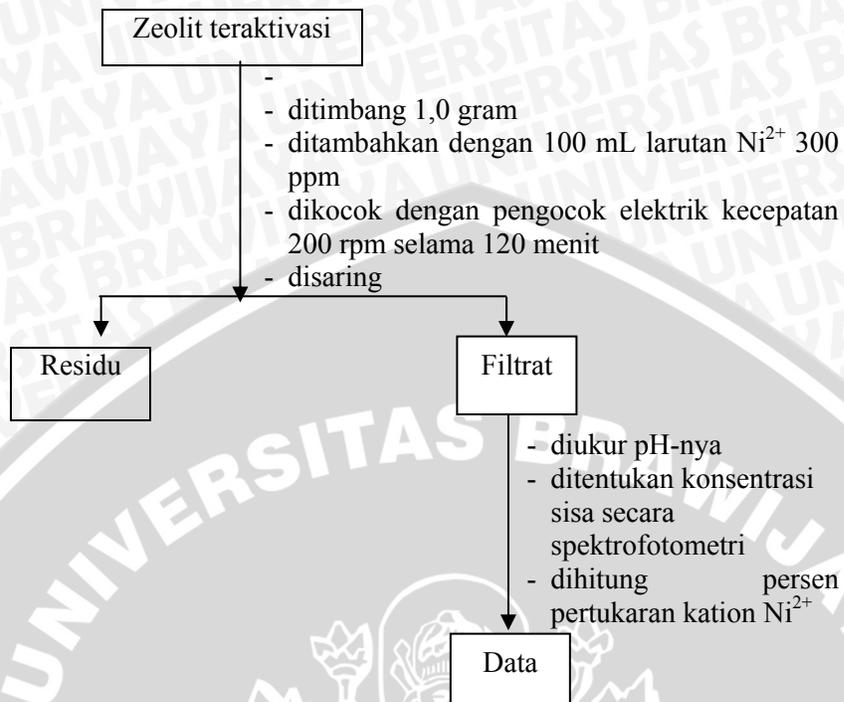


## L.7.2 Preparasi Zeolit dan Aktifasi Zeolit



### L.7.3 Penentuan Konsentrasi Optimum HCl dengan Sistem

#### Batch



#### L.7.4 Penentuan Persen Pertukaran kation $\text{Ni}^{2+}$ Menggunakan Sistem Kolom

##### Zeolit teraktivasi

- ditimbang 2,0 gram
- dimasukkan kedalam kolom yang telah diberi air bebas mineral dan glasswool bagian bawahnya
- kolom dielusi dengan air bebas mineral
- bagian atas kolom ditutup dengan glasswool
- larutan  $\text{Ni}^{2+}$  300 ppm sebanyak 100 mL dialirkan kedalam kolom

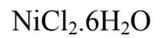
##### Eluat

- Ditampung sampai bebas Ni
- diukur kandungan  $\text{Ni}^{2+}$  dengan spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 530 nm
- ditentukan persen pertukaran kation  $\text{Ni}^{2+}$

##### Hasil

## L.7.5 Penentuan Konsentrasi Ion Logam Secara Spektrofotometri

### L.7.5.1 Pembuatan Larutan $\text{NiCl}_2$ dengan Kadar $\text{Ni}^{2+}$ 300 ppm



- ditimbang dengan teliti sebanyak 1,2147 gram
- dilarutkan dalam akuades bebas mineral
- diencerkan hingga tanda batas dalam labu ukur 1000 mL

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

### L.7.5.2 Penentuan $\lambda$ Maksimum

Larutan  $\text{NiCl}_2$  dengan kadar  $\text{Ni}^{2+}$   
100 ppm

- dipipet 1,0 mL
- ditambahkan 1,0 mL amonium sitrat
- ditambahkan 0,5 mL iodium
- ditambahkan 2,0 mL amoniakal DMG
- didiarkan selama 10 menit
- diencerkan dengan akuades hingga 50 mL
- diukur absorbansinya dengan variasi panjang gelombang (400-560 nm)
- dibuat grafik hubungan  $\lambda$  Vs absorbansi

Data  $\lambda_{\text{maks}}$

### L.7.5.3 Penentuan Kurva Baku

Larutan  $\text{NiCl}_2$  dengan kadar  $\text{Ni}^{2+}$   
100 ppm

dipipet masing-masing 0,0; 0,5; 1,0; 1,5;  
2,0; 2,5; 3,0 dan 3,5 mL  
ditambahkan 1,0 mL amonium sitrat  
ditambahkan 0,5 mL iodium  
ditambahkan 2,0 mL amoniakal DMG  
didiamkan selama 10 menit  
diencerkan dengan akuades hingga 50 mL  
diukur absorbansinya pada  $\lambda_{\text{maks}} = 530 \text{ nm}$   
dibuat kuva baku hubungan absorbansi Vs  
konsentrasi

Persamaan Kurva Baku



