PENGARUH AKTIVASI ASAM PADA MINERAL PIROPILIT ALAM ARJOSARI PACITAN TERHADAP NILAI KAPASITAS TUKAR KATION MENGGUNAKAN Ca^{2+}

SKRIPSI

Oleh

WIDI RAHAYU

0410920060-92

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2008

PENGARUH AKTIVASI ASAM PADA MINERAL PIROPILIT ALAM ARJOSARI PACITAN TERHADAP NILAI KAPASITAS TUKAR KATION MENGGUNAKAN Ca^{2+}

SKRIPSI

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

Oleh
WIDI RAHAYU
0410920060-92

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG

2008

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH AKTIVASI ASAM PADA MINERAL PIROPILIT ALAM ARJOSARI PACITAN TERHADAP NILAI KAPASITAS TUKAR KATION MENGGUNAKAN Ca^{2+}

Oleh
WIDI RAHAYU
0410920060-92

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

Pembimbing I	Pembimbing II
Siti Mutrofin,S.Si.,M.Sc.	**Darjito,S.Si.,M.Si**
NIP.132 090 384	**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	**:**	**Widi Rahayu**
NIM	**:**	**0410920060-92**
Jurusan	**:**	**Kimia**

Penulis skripsi berjudul : Pengaruh Aktivasi Asam Pada Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation Menggunakan Ca^{2+}.

Dengan ini menyatakan bahwa :

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2008
Yang menyatakan,

Widi Rahayu
NIM. 0410920060-92

PENGARUH AKTIVASI ASAM PADA MINERAL PIROPILIT ALAM ARJOSARI PACITAN TERHADAP NILAI KAPASITAS TUKAR KATION MENGGUNAKAN Ca^{2+}

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan terhadap nilai kapasitas tukar kation (KTK) menggunakan Ca^{2+}. Metode yang digunakan untuk menentukan nilai KTK adalah metode volumetri dengan cara titrasi asam basa, yang didukung dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom dan *Surface Area Analizing*. Aktivasi mineral piropilit menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M. Piropilit teraktivasi dikontakkan dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm selama 120 menit menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm. Nilai KTK piropilit maksimum adalah 18,2 ± 0,3 mek/100 g diperoleh pada piropilit teraktivasi dengan konsentrasi HCl 0,3 M. Nilai KTK piropilit teraktivasi mengalami kenaikan sebesar 120 % dibandingkan dengan piropilit tanpa aktivasi. Hasil analisis dengan menggunakan metode BET (Brunauer, Emmet dan Teller) diperoleh luas permukaan spesifik piropilit teraktivasi sebesar 3,5775 m^2/g, volume pori total sebesar 3,5207 x 10^{-3} cm^3/g dan jari-jari pori sebesar 19,7 Å. Berdasarkan uji statistik menunjukkan bahwa setiap konsentrasi HCl yang digunakan untuk aktivasi piropilit memberikan nilai KTK yang berbeda dengan tingkat kesalahan 1%.

Kata kunci : *piropilit, kapasitas tukar kation, aktivasi*

THE EFFECT OF ACID ACTIVATION OF ARJOSARI PACITAN'S PYROPHYLLITE TOWARD CATION EXCHANGE CAPACITY VALUE USING Ca^{2+}

ABSTRACT

A research about the effect of acid activation of Arjosari Pacitan's pyrophyllite toward cation exchange capacity value using Ca^{2+}, had been conducted. The cation exchange capacity (CEC) value was determined by volumetric, which was supported by Atom Absorption Spectrophotometric and Surface Area Analizing measurements. Pyrophyllite had been activated by HCl with various concentrations. They were 0.1 M; 0.2 M; 0.3 M; 0.4 M and 0.5 M. The activated pyrophyllite was contacted to Ca^{2+} 300 ppm with shaking time of 120 minutes and rotation speed of 200 rpm. The maxsimum of pyrophyllite is CEC value was gained 18.2 ± 0.3 mek/100 g under HCl concentration of 0.3 M. There was a significant increase of activated pyrophyllite's CEC value compared to unactivated ones, it was 120 %. The specific surface area, total pore volume, and pore radius of activated pyrophyllite were 3.5775 m^2/g, 3.5207 x 10^{-3} cm^3/g and 19.7 Å, respecitively based on BET (Brunauer, Emmet dan Teller) counting. According to statistical analysis showed that each concentration of HCl used for the activation of pyrophyllite was different significantly at 1 % error.

Key Word : *pyrophyllite, cation exchange capacity, activation*

KATA PENGANTAR

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

Skripsi yang berjudul ***Pengaruh Aktivasi Asam pada Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation Menggunakan*** Ca^{2+} ini disusun sebagai salah satu syarat mendapatkan gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya. Penyusunan skripsi ini tak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Semua guru TK, SD, SMP, SMA, dan dosen yang tulus mengajarkan pendidikan kepada penulis, serta pihak pemberi beasiswa selama penulis sekolah.
2. 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
3. Uswatun Hasanah, MS. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
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. Dr. Soebiantoro, Apt.,M.Sc, Dra. Diah Mardiana. MS., Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc, dan Qonitah Fardiyah, SSi., MSi selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini
6. Endang Nawangsih di Batan Yogyakarta atas bantuannya
7. Bapak dan Ibukku tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya yang tak terkira.
8. Teman-temanku Kimia 2004, penghuni Al-Husna dan semuanya terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini
9. Dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

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

Malang, Januari 2008

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN ii
HALAMAN PERNYATAAN iii
ABSTRAK iv
ABSTRACT v
KATA PENGANTAR vi
DAFTAR ISI viii
DAFTAR GAMBAR x
DAFTAR TABEL xi
DAFTAR LAMPIRAN xiii

BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 3
1.3 Batasan Masalah 3
1.4 Tujuan Penelitian 3
1.5 Manfaat Penelitian 3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan 4
2.2 Aktivasi Mineral Piropilit 6
2.3 Kapasitas Tukar Kation (KTK) 7
2.4 Kalsium 9
2.5 Titrasi Asam Basa 9
2.6 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 10
2.7 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori, Dan Jari-jari Pori Rata-rata Menggunakan Metode BET 11
2.7.1 Perhitungan Luas Permukaan Padatan 11
2.7.2 Penentuan Volume Pori Total 12
2.7.3 Penentuan Jari-jari Pori Rata-rata 13
2.8. Hipotesis 13

BAB III METODE PENELITIAN
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian 14
3.2 Bahan dan Alat Penelitian 14

3.2.1 Bahan Penelitian 14
3.2.1.1 Mineral Piropilit 14
3.2.1.2 Bahan Kimia 14
3.2.2 Alat Penelitian 14
3.3 Tahapan Penelitian 15
3.4 Prosedur Kerja 15
3.4.1 Preparasi Sampel 15
3.4.2 Pembuatan Kurva Standar 15
3.4.2.1 Pembuatan Kurva Standar Ca^{2+} 15
3.4.2.2 Pembuatan Kurva Standar Mg^{2+} 16
3.4.2.3 Pembuatan Kurva Standar Na^{+} 16
3.4.2.4 Pembuatan Kurva Standar K^{+} 16
3.4.3 Penentuan Waktu Kesetimbangan Piropilit dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm 16
3.4.4 Aktivasi Piropilit dengan HCl 17
3.4.5 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm 17
3.4.6 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Padatan Volume Pori, dan Jari-jari Pori Rata-rata, Menggunakan Metode BET 18
3.5 Analisis Data 19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Preparasi Sampel 21
4.2 Penentuan Waktu Kesetimbangan Piropilit dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm 21
4.3 Aktivasi Mineral Piropilit dengan HCl 23
4.4 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi dengan Larutan Ca^{2+} 23
4.5 Pengaruh Aktivasi HCl terhadap terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, jari-jari pori rata-rata Mineral Piropilit Arjosari Pacitan 27
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan 28
5.2 Saran 28
DAFTAR PUSTAKA 29

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1. Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan Jawa Timur... .4
Gambar 2.2. Struktur Mineral Piropilit.....5
Gambar 2.3. Aktivasi pada Mineral Piropilit.....6
Gambar 2.4. Pertukaran kation pada mineral clay.....8
Gambar 2.5. Proses serapan Atom dan pancaran energi..... 11
Gambar 4.2.1 Grafik Pengaruh Waktu Kesetimbangan Terhadap Konsentrasi Kation Dalam Filtrat.....22
Gambar 4.2.2 Grafik Pengaruh Waktu Kesetimbangan Terhadap Ca^{2+} Terserap Dengan Konsentrasi Awal 300 ppm...22
Gambar 4.4.1 Grafik Pengaruh Konsentrasi HCl Yang Digunakan Untuk Aktivasi Piropilit Dengan KTK.....26
Gambar L.6.1 Kurva Standar Ca^{2+} pada λ maks = 422,7 nm.....45
Gambar L.6.2 Kurva Standar Mg^{2+} pada λ maks = 285,2 nm.....46
Gambar L.6.3 Kurva Standar Na^{+} pada λ maks = 589 nm.....47
Gambar L.6.4 Kurva Standar K^{+} pada λ maks = 766,5 nm..... 47

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1 Tabel jari-jari terhidrat beberapa kation.....8
Tabel 3.5.1 Tabel Analisis Data.....19
Tabel 3.5.2 Analisis Sidik Ragam Satu Arah..... 20
Tabel 4.4.1 pH Filtrat Piropilit Aktif Dari Berbagai Konsentrasi HCl Setelah Kontak dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm.....25
Tabel 4.4.2 Hasil Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa Aktivasi dan Piropilit Teraktivasi HCl.....26
Tabel 4.5.1 Data luas permukaan spesifik, volume pori, jari-jari pori rata-rata Mineral Piropilit Arjosari Pacitan Piropilit Sebelum dan Sesudah Diaktivasi..... 27
Tabel L.5.1 Penentuan Konsentrasi NaOH..... 43
Tabel L.5.2 Penentuan Konsentrasi HCl.....44
Tabel L.6.1 Hasil Pengamatan Serapan Dari Berbagai Konsentrasi Ca^{2+}..... 45
Tabel L.6.2 Hasil Pengamatan Serapan Dari Berbagai Konsentrasi Mg^{2+}..... 46
Tabel L.6.3 Hasil Pengamatan Serapan Dari Berbagai Konsentrasi Na^{+}..... 46
Tabel L.6.4 Hasil Pengamatan Serapan Dari Berbagai Konsentrasi K^{+}.....47
Tabel L.7.1 Konsentrasi Kation Pada Penentuan Waktu Kesetimbangan Dari 100 mL Larutan Ca^{2+} 300 ppm dengan 0,2002 g Piropilit Tanpa Aktivasi..... 48
Tabel L.7.2 Data Konsentrasi Ca^{2+} Yang Terserap Pada 0,2002 g Piropilit Tanpa Aktivasi Setelah Dikontakkan dengan 100 mL Larutan Ca^{2+} 300 ppm 49
Tabel L.7.3 Data Konsentrasi Mg^{2+} Yang Keluar Dari 0,2002 g Piropilit Tanpa Aktivasi Setelah Dikontakkan dengan 100 mL Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 51
Tabel L.7.4 Data Konsentrasi Na^{+} Yang Keluar Dari 0,2002 g Piropilit Tanpa Aktivasi Setelah Dikontakkan dengan 100 mL Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 52
Tabel L.7.5 Data Konsentrasi K^{+} Yang Keluar dari 0,2002 g Piropilit Tanpa Aktivasi Setelah Dikontakkan dengan 100 mL

Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 54
Tabel L.8.1 Konsentrasi Ca^{2+} Terserap Oleh Piropilit teraktivasi Dengan Berbagai Konsentrasi HCl Setelah Kontak Dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 55
Tabel L.8.2 Volume NaOH Untuk Titrasi Filtrat Piropilit teraktivasi dengan Berbagai Konsentrasi HCl Sebelum dan Setelah Kontak dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 56
Tabel L.8.3 Hasil Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa aktivasi dan Teraktivasi HCl..... 57
Tabel L.8.4 Absorbansi Kation Dalam Akuades Setelah Diukur Dengan Spektrofotometer Serapan Atom..... 57
Tabel L.9.1 Hasil Penentuan KTK Piropilit Tanpa Aktivasi dan Piropilit Teraktivasi HCl Setelah Kontak dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 58
Tabel L.9.2 Hasil Penentuan KTK Kuadrat Piropilit Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi HCl Setelah Kontak dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 58
Tabel L.9.3 Hasil Penentuan KTK Total Kuadrat Piropilit Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi HCl Setelah Kontak dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm..... 59
Tabel L.9.4 Statistika Kapasitas Tukar Kation..... 60
Tabel L.10.1 Data Luas Permukaan Spesifik Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Diaktivasi dengan Menggunakan HCl 0,3 M..... 61
Tabel L.10.2 Data Volume Pori dan Jari-jari Pori rata-rata Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Diaktivasi dengan Menggunakan HCl 0,3 M..... 62

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman
Lampiran 1 Tahapan Penelitian..... 32
Lampiran 2 Prosedur Kerja..... 33
Lampiran 3 Pembuatan Larutan..... 36
Lampiran 4 Perhitungan Pembuatan Larutan..... 40
Lampiran 5 Standarisasi Larutan..... 43
Lampiran 6 Pambuatan Kurva Standar..... 45
Lampiran 7 Penentuan Waktu Kesetimbangan..... 48
Lampiran 8 Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit..... 55
Lampiran 9 Uji Statistika Penentuan Kapasitas Tukar Kation..... 58
Lampiran 10 Tabel BET..... 61
Lampiran 11 Peta Penyebaran Mineral Piropilit di Indonesia..... 63

BAB I
PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Jawa Timur merupakan salah satu daerah di Indonesia yang kaya akan mineral tambang, misalnya mineral pirophilit. Cadangan mineral pirophilit di Kabupaten Pacitan diperkirakan sebanyak jutaan ton dengan luas sebaran yang siap dieksplorasi sekitar 37 Hektar. Penyebaran mineral pirophilit di daerah tersebut sangatlah luas, namun sampai saat ini belum dimanfaatkan secara optimal. Hal tersebut disebabkan keterbatasan informasi tentang komposisi dan karakter kimiawi mineral pirophilit, terutama nilai KTK mineral Pirophilit Alam Arjosari Pacitan (Anonim, 1996).

Pirophilit, $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ merupakan mineral yang bisa dijadikan bahan baku dalam berbagai industri terutama pada industri pembuatan resin, filler, adsorben, dan keramik (Bearat, *et al.*, 2002). Selain itu, mineral ini juga dapat digunakan sebagai produk refraktori, karena pada pemanasan yang tinggi sekitar 800 ^oC tidak akan terjadi perubahan kisi-kisi kristal dan hanya kehilangan komponen airnya saja (Wang, *et al.*, 2003).

Komposisi kimiawi pirophilit alam Arjosari Pacitan terdiri dari 90,84% (b/b) SiO_2; Al_2O_3 5,32%; MgO 0,0001%; CaO 0,0005%; K_2O 0,013%; Na_2O 0,0049%; dan Fe_2O_3 0,0062% (Bintara, 2007). Susunan struktur pirophilit terdiri dari satu lapisan oktahedral alumina yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral silika, yang biasa disebut tipe lapisan 2:1 (Fyre, 1981). Hasil analisis dengan menggunakan metode BET menyatakan bahwa luas permukaan spesifik pirophilit Arjosari yang tidak teraktivasi sebesar 9,0422 m^2/g, volume pori total sebesar 8,746 x 10^{-3} cm^3/g dan jari-jari pori sebesar 19,3 Å. Oleh sebab itu, ion-ion logam dan molekul air dapat bergerak bebas di dalam mineral tersebut. Pirophilit memiliki struktur yang stabil dan tahan panas. Selain itu, dilihat dari segi ekonomis mineral pirophilit tergolong mineral yang sangat murah dengan daerah penyebaran yang cukup luas (Bintara, 2007).

Nilai KTK mineral pirophilit yang cenderung rendah disebabkan oleh strukturnya yang bermuatan listrik netral (tidak bermuatan). Metode yang digunakan untuk menentukan nilai KTK

piropilit adalah volumetri dengan cara titrasi asam basa, yang didukung dengan metode spektrofotometri serapan atom dan metode BET. Salah satu cara untuk meningkatkan nilai KTK mineral piropilit adalah dengan teknik aktivasi menggunakan asam seperti HCl. Asam ini mampu melarutkan beberapa logam serta impuritis-impuritis yang menutup sebagian pori. Selain itu, konsentrasi HCl tersebut juga berpengaruh terhadap pengaktifan situs-situs aktif pada piropilit. Semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan, maka akan semakin banyak pula situs aktif yang terdapat pada permukaan piropilit (Keren, dkk, 1994). Situs aktif piropilit adalah situs Si-O pada lapisan silika. Pada pH rendah ($pH \leq 4,2$) maka situs ini akan menangkap H^+ berubah menjadi situs aktif Si-OH yang mampu menukarkan H^+ dengan kation lain (misalnya, Ca^{2+}). Oleh kerena itu, pada mineral piropilit dapat terjadi proses pertukaran kation (Dorfner, 1991).

Kation yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah kalsium (Ca^{2+}). Berdasarkan literatur, ada beberapa penelitian pendahuluan yang dilakukan oleh Atastina dkk (1997), Riani (1999), dan Herdhiyanti (2006), Ca^{2+} dipakai sebagai studi awal untuk penentuan nilai KTK. Aplikasi awal dari suatu mineral yang sudah diketahui nilai KTKnya banyak digunakan sebagai resin atau penukar ion untuk penurunan kesadahan air. Air tersebut mengandung kadar Ca^{2+} yang berlebihan, sehingga mengakibatkan konsumsi sabun berlebih serta menimbulkan kerak pada pipa atau saluran air (Effendi, 2003). Selain itu, menurut Dean (1985) menyatakan bahwa jari-jari terhidrat Ca^{2+} (6 Å) lebih kecil daripada Mg^{2+} (8 Å), sehingga secara teoritis memungkinkan Ca^{2+} lebih mudah terikat pada mineral piropilit.

Untuk meningkatkan kualitas dan nilai ekonomis mineral piropilit Arjosari Pacitan, maka pada penelitian ini dilakukan pengaruh aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan terhadap nilai KTK menggunakan Ca^{2+}, sehingga dapat dipelajari lebih lanjut kemungkinan mineral piropilit Arjosari dapat digunakan sebagai resin penukar ion.

.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah maka rumusan masalah yang akan dikaji dalam penelitian ini antara lain :

1. Bagaimana pengaruh aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan terhadap nilai kapasitas tukar kation menggunakan Ca^{2+} ?
2. Bagaimana pengaruh aktivasi asam terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata mineral piropilit alam Arjosari Pacitan ?

I.3. Batasan Masalah

1. Mineral piropilit diambil dari Desa Karanggedhe Kecamatan Arjosari Pacitan Jawa Timur.
2. Larutan yang dikontakkan adalah larutan Ca^{2+} 300 ppm.
3. Asam yang digunakan untuk aktivasi adalah HCl.
4. Metode yang digunakan untuk menentukan nilai KTK adalah metode volumetri dengan cara titrasi asam basa, yang didukung dengan metode spektrofotometri serapan atom dan metode BET.

I.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan terhadap nilai kapasitas tukar kation menggunakan Ca^{2+}.
2. Mengetahui pengaruh aktivasi asam terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata mineral piropilit alam Arjosari Pacitan.

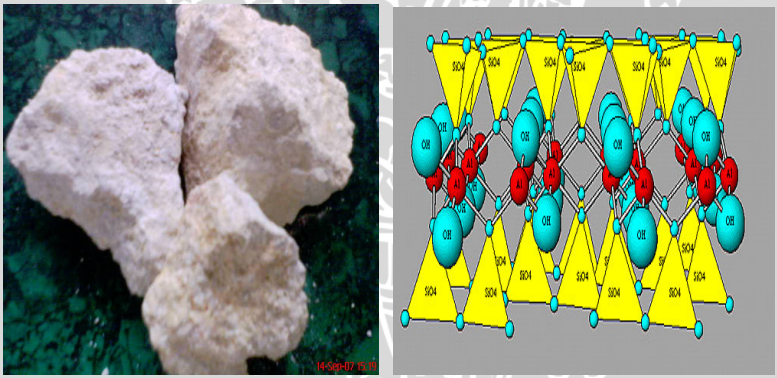
1.5. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian yang dilakukan ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh aktivasi asam pada nilai KTK mineral piropilit dan pengaruh aktivasi asam terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata, sehingga dapat meningkatkan penggunaan piropilit sebagai penukar kation untuk mengurangi tingkat kesadahan air.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan

Piropilit Alam Arjosari Pacitan berbentuk padatan kristalin (Gambar 2.1) dengan sistem kristal triklinik dan total kadar komposisi kimiawi sebesar 96,17% (b/b) serta mengandung mineral kuarsa (SiO_2), hematit (Fe_2O_3), gotit (FeO(OH)), kianit (Al_2SiO_5) serta gipsum ($Ca_2SO_4.2H_2O$). Hasil analisis dengan menggunakan spektrofotometri inframerah menunjukkan adanya spektra dari gugus hidroksil yang spesifik untuk piropilit pada bilangan gelombang 3626,5 cm^{-1} dengan luas permukaan spesifik sebesar 9,0422 m^2/g, volume pori total sebesar 8,746 x 10^{-3} cm^3/g dan jari-jari pori rata-rata sebesar 19,3 A^o. Komposisi kimiawi piropilit alam Arjosari Pacitan terdiri dari 90,84% (b/b) SiO_2; Al_2O_3 5,32%; MgO 0,0001%; CaO 0,0005%; K_2O 0,013%; Na_2O 0,0049%; dan Fe_2O_3 0,0062% (Bintara, 2007).



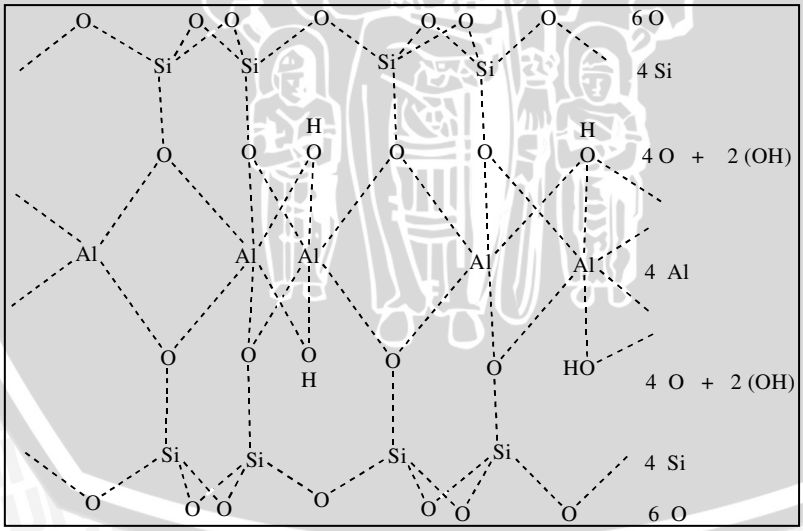
Gambar 2.1. Mineral Piropilit Alam Arjosari Pacitan Jawa Timur

Piropilit adalah mineral yang termasuk dalam klas silikat, subklas *phyllosilicates* dengan struktur berbentuk lembaran seperti *sandwich.* Rumus kimia dari piropilit $Al_2Si_4O_{10}$ $(OH)_2$, merupakan Aluminium silikat hidroksida. Piropilit merupakan mineral yang isomorf dengan mineral talk yaitu mempunyai sifat-sifat fisika yang

sama dengan talk diantaranya berwarna putih keabu-abuan, massa jenis 2,65-2,85 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 (Anonymous, 2005). Keberadaan mineral ini di alam berbentuk batuan metamorf dan seringkali bergabung dengan mineral kianit (Al_2SiO_5). Terdapat dua jenis mineral piropilit, yaitu piropilit dengan sistem kristal monoklinik dan triklinik. Biasanya kedua sistem kristal tersebut diperlakukan sebagai dua jenis mineral yang berbeda, akan tetapi sifat keduanya adalah identik. Daerah penyebaran mineral piropilit terdapat di Pulau Sumatera, Jawa Barat, Jawa Timur (Malang dan Pacitan), Nusa Tenggara Barat, dan Pulau Sulawesi (Anonim, 2006).

Menurut (Fyre, 1981) piropilit merupakan jenis mineral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral yang biasa disebut dengan tipe lapisan 2:1. Mineral dengan struktur dioktahedral (Gambar 2.1) ini mempunyai komposisi sebagai berikut:

tetrahedral	Si_2O_3
oktahedral	$Al_2O_4(OH)_2$
tetrahedral	Si_2O_3
total	$Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$



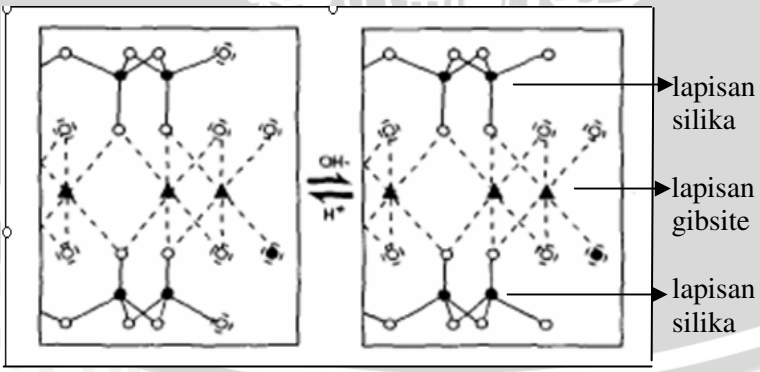
Gambar 2.2 Struktur Mineral Piropilit (Deer, *et al*, 1992)

Struktur mineral piropilit pada Gambar 2.2, terdiri dari 2 lapisan tetrahedral silika dan lapisan oktahedral alumina dengan ikatan yang terjadi adalah ikatan elektrostatik yang lemah dan adanya gaya Van Der Waals (Deer, *et al*., 1992). Ruang-ruang antar lapisan tetrahedral dan oktahedral itulah yang kemungkinan dapat terisi oleh adanya ion-ion seperti Ca^{2+}, Na^{+}, Mg^{2+}, K^{+} dan hematit akibatnya dapat terjadi proses pertukaran ion (Dofner dan Hartono, 1995).

2.2. Aktivasi Mineral Piropilit

Aktivasi mineral yang mempunyai kemampuan sebagai adsorben maupun penukar anion dan kation dapat dilakukan secara fisik yaitu dengan kalsinasi/pemanasan, maupun secara kimia yaitu dengan menggunakan larutan asam atau basa. Proses aktivasi secara kimia, biasanya dilakukan dengan menggunakan asam mineral misalnya HCl (asam klorida). Hal ini dimaksudkan untuk mengaktifkan permukaan atau situs-situs aktif dari mineral piropilit dan melarutkan logam-logam yang mengisi ruang-ruang di dalam struktur piropilit, sehingga pori-pori mineral lebih terbuka (Keren, dkk, 1994).

Saat proses aktivasi (Gambar 2.3), atom O pada lapisan silika (-Si-O) akan mengikat H^{+} dari asam yang digunakan. Oleh karena itu, lapisan tersebut menjadi situs-situs aktif (-Si-OH) yang menyebabkan piropilit lebih bersifat kationik, sehingga piropilit dapat dijadikan sebagai penukar kation (Keren, dkk, 1995).



Gambar 2.3 Aktivasi pada Mineral Piropilit (Keren, dkk, 1995)

2.3. Kapasitas Tukar Kation

Kapasitas tukar kation (KTK) adalah jumlah total pertukaran ion terserap pada luas permukaan suatu mineral (Velde, 1992). Kation adalah ion bermuatan positif misalnya Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^{+}, K^{+}, NH_4^{+}, H^{+}, Al^{3+} dan sebagainya. Kation-kation tersebut terlarut di dalam air tanah atau diserap oleh koloid-koloid tanah. Banyaknya kation (dalam miliekivalen) yang dapat dijerap oleh tanah per satuan berat tanah (biasanya per 100 g) dinamakan kapasitas tukar kation (KTK). Kation-kation yang telah dijerap oleh koloid-koloid tersebut sukar tercuci oleh air, gravitasi, tetapi dapat diganti oleh kation lain yang terdapat dalam tanah. Hal tersebut dinamakan proses pertukaran kation (Tan, 1998).

Proses pertukaran ion adalah proses pengikatan ion secara elektrostatik pada gugus fungsi di permukaan padatan dipertukarkan dengan ion dari larutan yang dilewatkan pada zat padat tersebut. 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 (Weber, 1972).

Reaksi kesetimbangan untuk pertukaran kation menggunakan resin penukar kation (Underson, 1991) :

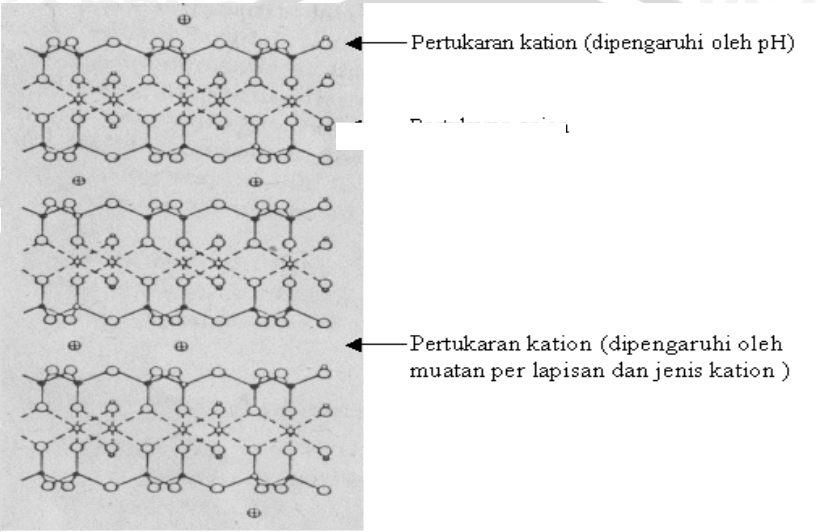
$$R^{-}A^{+}_{(s)} + B^{+}_{(aq)} \rightleftharpoons R^{-}B^{+}_{(s)} + A^{+}_{(aq)}$$

Reaksi pertukaran ion dapat didefinisikan sebagai reaksi pertukaran yang reversibel antara ion yang terdapat pada fasa padat (penukar ion) dengan ion dalam fasa larutan.

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi nilai KTK dari suatu mineral jenis *clay* adalah muatan pada lapisan mineral yang disumbangkan oleh situs aktif dan muatan pada jenis ion yang dipertukarkan. Pada mineral caly (Gambar 2.4), proses pertukaran ion dapat terjadi disebabkan adanya ion H^{+} yang terikat pada situs aktif (Si-OH) pada saat diaktivasi dengan asam sehingga ion H^{+} tersebut dapat bertindak sebagai *counter ion* pada piropilit. Pertukaran kation dapat terjadi apabila kation yang dipertukarkan mempunyai muatan yang lebih besar dibandingkan *counter ion* pada piropilit misalnya dengan kation Ca^{2+} (Dorfner, 1991).

Ion yang bermuatan sama dengan jari-jari terhidrasi lebih kecil akan sulit tertukar, karena terikat lebih kuat. Oleh karena itu,

waktu kontak yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan akan lebih lama (Dean,1985). Jari-jari ion terhidrasi untuk beberapa kation ditunjukkan pada Tabel 2.1.



Gambar 2.4 Pertukaran kation pada mineral clay (Dorfner, 1991)

Tabel.2.1 Jari-jari terhidrat beberapa kation adalah sebagai berikut (Dean,1985):

Diameter Terhidrat (Å)	Jari-jari Terhidrat (Å)	Kation
5	2,5	Rb^+, Tl^+, Cs^+, NH_4^+, Ag^+
6	3	K^+, Cl^- Br^-, I^-, NO_3^-
7	3,5	OH^-, F^-
8	4	Na^+, SO_4^-
9	4,5	Pb^{2+}, CO_3^-, SO_3^-, CH_3COO^-
10	5	$Sr^{2+,}$ $Ba^{2+,}$ Cd^{2+}
12	6	$Ca^{2+,}$ $Zn^{2+,}$ $Fe^{2+,}$ Ni^{2+}
16	8	Mg^{2+}
18	9	H^+, $Al^{3+,}$ $Fe^{3+,}$ $Cr^{3+,}$ La^{2+}

2.4. Kalsium

Kalsium termasuk unsur logam alkali bumi yang terdapat dalam golongan II A pada Susunan Berkala Unsur, memiliki nomer massa 40,08 dan nomer atom 20, mempunyai konfigurasi elektron $1s^2\ 2s^2\ 2p^6\ 3s^2\ 3p^6\ 4s^2$, jari-jari atom 1,98 A^o, jari-jari ion 0,99 A^o, keelektronegatifan 1,0 dalam skala pauling, titik cair 839 ^oC, titik didih 1484 ^oC, densitas 1,54 g/cm^3. Kalsium terdapat di alam dalam bentuk senyawa $CaCO_3$, $CaSO_4$, CaO (Cotton and Wilkinson, 1987).

Kadar kalsium pada perairan tawar biasanya kurang dari 15 mg/L, pada perairan yang berada di sekitar batuan karbonat antara 30-100 mg/L, pada perairan laut sekitar 400 mg/L, sedangkan pada perairan yang diperuntukkan bagi air minum kadar kalsium sebaiknya tidak lebih dari 75 mg/L. Konsentrasi Ca^{2+} dalam air ataupun tanah sangat banyak, terutama pada air sadah (Effendi, 2003).

2.5. Titrasi Asam-Basa

Titrasi yaitu penambahan secara cermat volume suatu larutan yang mengandung zat A yang konsentrasinya diketahui, kepada larutan kedua yang mengandung zat B yang konsentrasinya tidak diketahui, yang akan mengakibatkan reaksi antara keduanya secara kuantitatif. Titik akhir titrasi bisa diketahui dengan penambahan indikator, yang akan menimbulkan perubahan warna. Indikator yang sering digunakan untuk menentukan larutan asam kuat (HCl), dengan penitrannya adalah basa kuat (NaOH) yaitu indikator Fenolftalein yang memiliki rentang pH antara 8,2 sampai 10 (Oxtoby, dkk, 2001).

Titrasi asam-basa merupakan cara yang cepat dan mudah untuk menentukan jumlah senyawa-senyawa yang bersifat asam dan basa. Titrasi asam-basa didasarkan pada reaksi perpindahan proton antar senyawa yang mempunyai sifat-sifat asam-basa (protolisis).

$$OH^- + H_3O^+ \longrightarrow 2H_2O$$

Selama proses titrasi pH larutan berubah perlahan-lahan, tetapi di daerah titik kesetaraan perubahan pH sangat besar. Untuk menentukan asam digunakan larutan baku sekunder basa kuat (misalnya NaOH yang memiliki derajat disosiasi lebih besar daripada

KOH), sedangkan untuk menentukan basa digunakan larutan baku sekunder asam kuat (misalnya HCl). Zat baku utama yang lazim digunakan untuk pembakuan larutan HCl adalah Natrium Karbonat ($NaCO_3$). Larutan basa kuat juga harus dibakukan terlebih dahulu, yaitu dengan menggunakan larutan asam oksalat ($H_2C_2O_4.2H_2O$). Syarat zat yang digunakan sebagai zat baku primer yaitu harus sangat murni, tidak mudah berubah susunan kimiawinya, harus bereaksi dengan zat yang ditentukan secara stoikiometri, cepat dan terukur, harus mempunyai massa relatif yang tinggi (Rivai, 1995).

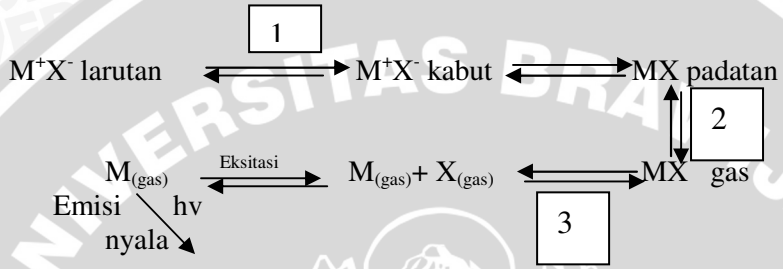
2.6. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Metode Spektrofotometer Serapan Atom didasarkan pada serapan cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap energi cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat unsurnya. Atom-atom tersebut memperoleh energi lebih banyak sehingga terjadi transisi elektronik dari keadaan dasar ke tingkat energi eksitasi. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Penentuan panjang gelombang dipilih pada panjang gelombang yang menghasilkan spektrum yang tajam dengan intensitas maksimum (Khopkar, 1990).

Atom-atom menyerap cahaya pada λ tertentu. Unsur Ca dapat menyerap cahaya maksimum pada λ 422,7 nm; Mg pada λ 285,2 nm; Na pada λ 589 nm; sedangkan K pada λ 766,5 nm dengan menggunakan nyala gas asetilen dan udara kering. Pada metode ini, lampu katoda berongga bekerja secara spesifik artinya lampu katode berongga yang dipilih harus sesuai dengan atom yang akan ditentukan, misalnya dalam penentuan kadar Ca maka lampu katoda berongga yang digunakan adalah lampu katoda berongga Ca (Hendayana, 1994).

Tahap terpenting dalam penentuan unsur secara Spektrofotometer Serapan Atom adalah *tahap atomisasi*. Keberhasilan dalam proses atomisasi akan berpengaruh terhadap keberhasilan analisa. Proses atomisasi berlangsung dengan memasukkan larutan sampel (garam) ke dalam nyala. Mula-mula larutan itu mengalami pengkabutan membentuk aerosol cair yang selanjutnya mengalami penguapan pelarut membentuk aerosol padat. Kemudian disusul dengan pembentukkan fase uap dari larutan. Uap itu selanjutnya mengalami disosiasi membentuk atom-atom bebas. Apabila uap yang berisi atom bebas itu dikenai energi radiasi pada

panjang gelombang yang dipancarkan oleh lampu katode yang bersangkutan, maka akan terjadi penyerapan energi radiasi yang mengakibatkan atom akan mengalami transisi elektronik dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Reaksi yang terjadi pada proses atomisasi untuk unsur Ca, Mg, Na, K yang akan dianalisa terjadi beberapa tahapan (Basset, dkk, 1994) :



Gambar 2.5. Proses serapan Atom dan pancaran energi

1. Proses dissolvasi (penguapan pelarut : misal air)
   $MX_{(aq)} \rightleftharpoons MX + H_2O$
2. Penguapan padatan $MX_{(g)}$
3. Atomisasi uap $MX_{(g)}$

2.7. Penentuan Luas Permukaan Padatan Spesifik, Volume pori, dan Jari-jari Pori Menggunakan Metode BET(Lowell dan Shields, 1984).

2.7.1. Perhitungan Luas Permukaan Adsorben

Untuk menghitung luas permukaan adsorben digunakan teori BET (Brunauer, Emmet, dan Teller). Pada teori BET digunakan persamaan berikut :

$$\frac{1}{W(P_o/P-1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C}\left[\frac{P}{P_o}\right] \qquad \textbf{(1)}$$

dengan : P/P_o = Tekanan gas yang digunakan
P_o = Tekanan uap jenuh adsorbat (N_2)
W = Massa adsorbat pada P/P_o
W_m = Massa adsorbat pada monolayer jenuh

C = Konstanta BET

Massa adsorbat (W) diperoleh sebagai berikut :

$$W = V_{ads} \times W_{sampel} \times \rho_{N2} \quad \textbf{(2)}$$

dengan : $\rho_{N2} = 1{,}2506$ g/L

Pada perhitungan luas permukaan padatan dengan metode BET data P/P_o yang digunakan adalah kisaran 0,05 – 0,35 karena pada daerah inilah yang memberikan kurva hubungan yang linier, sehingga dengan $Y = 1 / W (P_o/ P-1)$ dan $X = P / P_o$ diketahui sebagai berikut :

$$\text{Slope (s)} = (C-1) / W_m C$$
$$\text{Intersep (i)} = 1 / W_m C$$

dengan demikian diperoleh :

$$W_m = 1 / (i + s) \quad \textbf{(3)}$$

Luas permukaan padatan dapat dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$St = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad \textbf{(4)}$$

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

A = Tampang Lintang = 16,2 A^2

M = Massa molekul relatif N_2 = 28 g / mol

dengan demikian luas permukaan spesifik dapat dihitung sebagai berikut :

$$S_{BET} = St / W_m \quad \textbf{(5)}$$

2.7.2. Penentuan Volume Pori-pori Total

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

$$V_p = V_{liq} = \frac{P \times V_{ads} \times V_m}{R \times T} \quad \textbf{(6)}$$

di mana : R = konstanta untuk gas yaitu 82,057 cm^3 atm/g.mol.K

P = tekanan uap N_2 cair yaitu 1 atm

T = temperatur N_2 cair yaitu 273 ^oK

V_{ads} = volume gas N_2 yang teradsorpsi

V_m = volume N_2 cair yaitu 34,6 cm^3/mol.

sehingga dengan demikian diperoleh sebagai berikut :

$$V_p = V_{gas} \times 1{,}54. 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \quad \textbf{(7)}$$

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

2.7.3. Penentuan Jari-jari Pori Rata-rata

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

$$r_p = \frac{2\,V_p}{S_{BET}} \qquad \textbf{(8)}$$

2.8. Hipotesis

1. Adanya aktivasi asam pada mineral piropilit Alam Arjosari Pacitan dapat meningkatkan nilai KTK menggunakan Ca^{2+}.
2. Adanya aktivasi asam dapat memperbesar luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata pada mineral piropilit Alam Arjosari Pacitan.

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian pengaruh aktivasi asam pada mineral piropilit Arjosari Pacitan terhadap nilai kapasitas tukar kation menggunakan Ca^{2+}, dilaksanakan selama tiga bulan mulai bulan Oktober sampai dengan Desember 2007, di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang, sedangkan uji luas permukaan spesifik, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata mineral piropilit dilakukan di BATAN Yogyakarta.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan Penelitian

a. Mineral Piropilit

Piropilit yang digunakan berupa batuan, diambil dari Desa Karanggedhe Kecamatan Arjosari Pacitan Jawa Timur.

b. Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan semua berderajat pro analisis antara lain : $CaCl_2.2H_2O$, $MgCl_2.6H_2O$, KCl, NaOH, NaCl, HCl 37% (b/v), Na_2CO_3 anhidrat, $H_2C_2O_4.2H_2O$, HNO_3 65% (b/v), $AgNO_3$, Indikator pp, Indikator metil merah, kecuali kertas saring whatman 42 dan akuades.

3.2.2. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian meliputi ayakan 120 mesh dan 150 mesh, botol semprot, statif, buret mikro 5 mL, seperangkat alat gelas, pengocok elektrik (Edmund Buhler SM 25), oven (Fisher Scientific 655 F), pH-Meter (Inolab), neraca analitis (Toledo AL 204), pengaduk magnet dan Surface Area Analyzer (NOVA 1000), Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu (AA-6200).

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan kerja penelitian adalah sebagai berikut :

1. Preparasi sampel
2. Pembuatan kurva standar
   a. Pembuatan kurva standar Ca^{2+}
   b. Pembuatan kurva standar Mg^{2+}
   c. Pembuatan kurva standar Na^{+}
   d. Pembuatan kurva standar K^{+}
3. Penentuan waktu kesetimbangan
4. Penyiapan dan aktivasi piropilit dengan HCl
5. Penentuan kapasitas tukar kation piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi
6. Penentuan luas permukaan spesifik padatan, volume pori, dan jari-jari pori rata-rata mineral piropilit.

3.4. Prosedur Kerja

3.4.1. Preparasi Sampel

Mengacu pada prosedur piropilit oleh Herdhiyanti (2006), 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 pH filtrat sama dengan pH akuades dan dipanaskankan pada temperatur 105 ^{o}C sampai berat konstan.

3.4.2. Pembuatan Kurva standar

a. Pembuatan kurva standar Ca^{2+}

Larutan Ca^{2+} 100 ppm dipipet 1, 5, 10, 15, 20 dan 30 mL dengan pipet volume. Kemudian dimasukkan dalam 5 labu ukur berukuran 100 mL yang berbeda dan ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Selanjutnya diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades. Masing-masing larutan Ca^{2+} yang dihasilkan dengan konsentrasi berbeda yaitu 1, 5, 10, 15, 20 dan 30 ppm, diukur absorbansi larutan Ca^{2+} pada panjang gelombang maksimum 422,7 nm dengan spektrofotometer serapan atom.

b. Pembuatan kurva standar Mg^{2+}

Larutan Mg^{2+} 10 ppm dipipet masing-masing 5; 10; 15; 20; 25 mL, dan dimasukkan dalam 5 buah labu ukur berukuran 100 mL yang berbeda. Lalu ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Selanjutnya diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades. Masing-masing larutan Mg^{2+} yang dihasilkan dengan konsentrasi berbeda yaitu 0,5; 1; 1,5; 2,0 dan 2,5 ppm, diukur absorbansi larutan Mg^{2+} pada panjang gelombang maksimum 285,2 nm dengan spektrofotometer serapan atom.

c. Pembuatan kurva standar Na^{+}

Larutan Na^{+} 10 ppm dipipet masing-masing 2; 4; 6; 8; mL, dan dimasukkan dalam 4 buah labu ukur berukuran 100 mL yang berbeda. Lalu ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Selanjutnya diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades. Masing-masing larutan Na^{+} yang dihasilkan dengan konsentrasi berbeda yaitu 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 ppm, diukur absorbansi larutan Na^{+} pada panjang gelombang maksimum 589 nm dengan spektrofotometer serapan atom.

d. Pembuatan kurva standar K^{+}

Larutan K^{+} 10 ppm dipipet masing-masing 5; 10; 15; 20 mL, dan dimasukkan dalam 4 buah labu ukur berukuran 100 mL yang berbeda. Lalu ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Selanjutnya diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades. Masing-masing larutan K^{+} yang dihasilkan dengan konsentrasi berbeda yaitu 0,5; 1; 1,5 dan 2,0 ppm, diukur absorbansi larutan K^{+} pada panjang gelombang maksimum 766,5 nm dengan spektrofotometer serapan atom.

3.4.3. Penentuan Waktu Kesetimbangan Mineral Piropilit dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm

Piropilit tanpa aktivasi dengan berat 0,2002 g dimasukkan ke dalam 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm dalam erlenmeyer berukuran 250 mL, disiapkan sebanyak 5 buah. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 60; 80; 100; 120; 140 menit untuk kelima campuran tersebut. Larutan disaring dengan kertas saring whatman 42. Lalu filtrat ditambah 2-3 tetes asam nitrat pekat dan diukur kadar K^{+}, Na^{+},

dan Mg^{2+} dalam filtrat. Selanjutnya filtrat diencerkan 25x dan diukur kandungan Ca^{2+} dalam filtrat dengan spektrofotometer serapan atom. Kemudian dihitung konsentrasi kation (K^+, Na^+, Ca^{2+} dan Mg^{2+}) yang ada pada filtrat, lalu dibuat kurva antara waktu kesetimbangan (menit) terhadap konsentrasi kation dalam filtrat (mek/100 g). Waktu kesetimbangan yaitu waktu pada saat konsentrasi kation dalam filtrat mulai menunjukkan konstan. Perlakuan diulang sebanyak 3 kali. Jumlah kation dalam filtrat dihitung dengan rumus :

$$Cs = \frac{A}{a} x \ fp \qquad \textbf{(9)}$$

dimana : A = absorbansi
a = gradien kurva baku
fp = faktor pengenceran
Cs = konsentrasi Ca^{2+} dalam filtrat (mg/L)

3.4.4. Aktivasi Piropilit dengan HCl

Sebanyak 5 sampel piropilit baru dengan ukuran antara 120 mesh sampai dengan 150 mesh masing-masing sebanyak 1,0001 g. Dimasukkan erlenmeyer berukuran 250 mL dan ditambahkan HCl 100 mL dengan variasi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 M (pH masing-masing larutan HCl sudah diukur terlebih dahulu) dikocok selama 1 jam menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm, didiamkan lalu disaring dan dicuci dengan akuades sampai bebas klor (filtrat ditambah 2-3 tetes $AgNO_3$ dan HNO_3 pekat, tidak menghasilkan endapan atau filtrat tidak keruh). Selanjutnya piropilit dipanaskan sampai berat konstan dengan temperatur 105 ^oC.

3.4.5. Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa Aktivasi dan Teraktivasi dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm

Piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi (dengan konsentrasi HCl 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 M) dengan berat 0,2002 g dimasukkan labu erlenmeyer berukuran 250 mL dan ditambahkan dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm, yang sudah diukur pH-nya. Kemudian dikocok menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm pada temperatur kamar selama waktu kesetimbangan yang didapat

pada (3.4.3). Campuran disaring dengan kertas saring whatman 42, filtrat diukur pH-nya. Lalu dititrasi dengan larutan NaOH 0,0994 N dengan indikator pp. Jumlah NaOH yang bereaksi setara dengan H^+ yang tertukar. Selanjutnya filtrat diencerkan 25x dan diukur kandungan Ca^{2+} dalam filtrat dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali). Perhitungan kapasitas tukar kation digunakan rumus sebagai berikut :

$$KTK = (V\ NaOH_{(2)} - V\ NaOH_{(1)}) \times N_{NaOH} \times A \times B \qquad \textbf{(10)}$$

dimana : $V\ NaOH_{(2)}$ = Volume NaOH awal
$V\ NaOH_{(1)}$ = Volume NaOH akhir
N = Normalitas

$$A = \frac{\textit{Volume larutan yang dikontakkan}}{\textit{Volume yang dititrasi}}$$

$$B = \frac{\textit{100 g piropilit}}{\textit{Jumlah g piropilit yang dikontakkan}}$$

KTK = kapasitas tukar kation

3.4.6. Penentuan Luas Permukaan Spesifik Padatan, Volume pori, dan Jari-jari pori rata-rata Menggunakan Metode BET

Mineral piropilit teraktivasi yang memberikan nilai kapasitas tukar kation maksimum ditentukan volume pori, jari-jari pori rata-rata dan luas permukaan spesifik padatan dengan menggunakan *Surface Area Analyzer*.

Sebelum diukur dengan *Surface Area Analyzer* terlebih dahulu piropilit teraktivasi ditimbang, lalu dipanaskan pada temperatur 110 ^oC dan kemudian ditempatkan dalam desikator sampai diperoleh berat konstan. Selanjutnya dilakukan degassing sampel dengan menggunakan gas N_2 pada kecepatan alir 40 mBar/menit pada temperatur 150 ^oC selama 1 jam. Kemudian dilakukan pengukuran dengan *Surface Area Analyzer,* sehingga diperoleh data volume gas N_2 teradsorbsi pada sampel. Data tersebut diolah dengan metode BET untuk menentukan volume pori, jari-jari pori rata-rata dan luas permukaan spesifik padatan mineral piropilit.

3.5. Analisa Data

Data serapan Ca^{2+} oleh piropilit, selanjutnya dilakukan analisis menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan dengan uji F pada taraf nyata 1%. Apabila terdapat perbedaan dilanjutkan dengan uji beda nyata terkecil (BNT) 1 % untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan nilai optimum. Pola analisis yang digunakan, dapat ditunjukkan sebagai berikut (Yitnosumarto, 1993):

Tabel.3.5.1 Analisis Data

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

Untuk uji ada tidaknya pengaruh penambahan HCl terhadap kapasitas tukar kation (KTK) menggunakan Ca^{2+} maka dilakukan uji F dengan cara sebagai berikut :

Menghitung faktor koreksi :

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^{p}\sum_{j=1}^{n} Yij\right]^2}{pxn}$$

Menghitung jumlah kuadrat (JK) :

a. JK total = $\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n} Yij - FK$

b. JK perlakuan = $\frac{\left[\sum_{j=1}^{p}\sum_{j=1}^{n} Yij\right]^2}{n}$ - FK

c. JK galat = JK total – JK perlakuan

Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

a. KT perlakuan = $\frac{JK\ perlakuan}{dB\ perlakuan}$

b. KT galat = $\frac{JK\ galat}{dB\ galat}$

Menghitung nilai F

$F_{\text{hitung perlakuan}} = \frac{KT\ perlakuan}{KT\ galat}$

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

Tabel 3.5.2 Analisis sidik ragam satu arah

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F_{hitung}
Perlakuan	P-1	JKp	KTp	KTp/KTg
Galat	P (n-1)	JKg	KTg	
Total	Pn -1	JKt		

Keterangan : P = banyak perlakuan dB = derajat Bebas
n = banyaknya ulangan

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

H_0 = tidak ada pengaruh perlakuan

H_1 = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

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

Menentukan BNT :

$$BNT\ (a) = t_{\text{tabel}}\ (a/2;dBg)\ v\ 2KTg/n$$

1. Menghitung beda rata-rata antar perlakuan
2. Menarik kesimpulan
   a. Jika BNT (a) < (X_A- X_B) berarti ada beda nyata
   b. Jika BNT (a) > (X_A- X_B) berarti tidak ada beda nyata

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Sampel

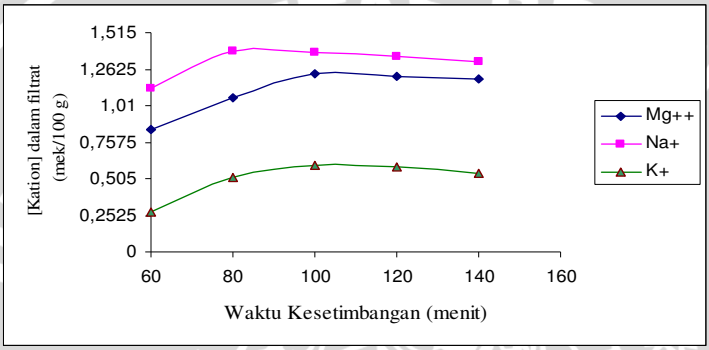
Mineral piropilit ditumbuk untuk mendapatkan ukuran mineral yang lebih kecil. Selanjutnya serbuk piropilit diayak untuk memperoleh piropilit dengan ukuran antara 120 mesh sampai 150 mesh, sehingga didapatkan ukuran yang seragam. Hal tersebut bertujuan supaya tiap butiran piropilit mempunyai luas permukaan yang hampir sama. Kemudian serbuk piropilit dicuci menggunakan akuades sampai pH filtrat sama dengan pH akuades yang digunakan (pengukuran pH dengan pH Universal). Tujuan pencucian ini adalah untuk mempermudah pengaturan pH. Lalu serbuk piropilit dipanaskan pada temperatur 105 ºC, untuk menghilangkan molekul air yang terdapat pada piropilit.

4.2. Penentuan Waktu Kesetimbangan Piropilit dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm

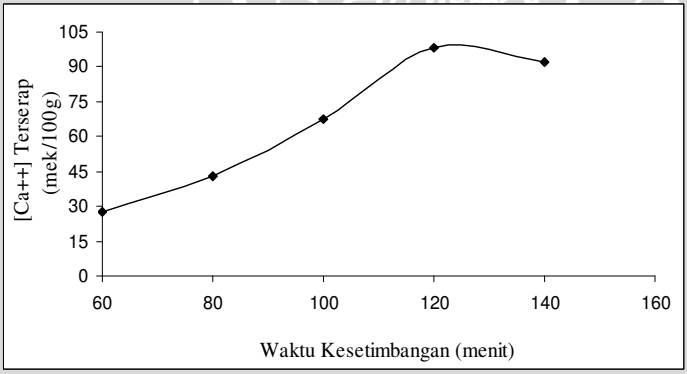
Hubungan antara kadar Ca^{2+} yang terserap oleh piropilit tanpa aktivasi dan mengalami pertukaran dengan kation-kation yang berada dalam piropilit dengan waktu kesetimbangan untuk Ca^{2+}, dapat dilihat pada Tabel L.7.1 serta Gambar 4.2.1 dan 4.2.2.

Berdasarkan data pada Tabel L.7.1 serta Gambar 4.2.1dapat dilihat bahwa kadar maksimum Na^+ dalam filtrat diperoleh pada waktu kesetimbangan 80 menit dan kadar maksimum K^+ serta Mg^{2+} dalam filtrat diperoleh pada waktu kesetimbangan 100 menit. Sedangkan untuk kadar Ca^{2+} terserap maksimum dalam piropilit (Gambar 4.2.2), terjadi pada waktu kesetimbangan 120 menit. Na^+ terlepas lebih dahulu dibandingkan K^+, karena K^+ memiliki jari-jari terhidrat yang lebih kecil, sehingga K^+ terikat lebih kuat. Begitu juga dengan Mg^{2+} akan terikat lebih kuat dibandingkan Na^+, sebab Mg^{2+} merupakan kation yang bervalensi lebih besar. Keluarnya kation-kation yang ada dalam piropilit menyebabkan Ca^{2+} akan terserap lebih banyak dan mendesak Mg^{2+} untuk meninggalkan piropilit. Ca^{2+} yang telah terserap dalam piropilit lebih sulit didesak oleh Na^+, K^+, Mg^{2+}, karena Ca^{2+} bermuatan lebih besar dan memiliki jari-jari terhidrat yang kecil. Data jari-jari terhidrat tercantum dalam Tabel

2.1. Kenyataan ini berkaitan dengan kekuatan ikatan kation-kation pada piropilit. Kation dengan valensi lebih besar akan terikat kuat pada piropilit (memiliki afinitas yang lebih besar), sehingga memerlukan waktu yang lebih lama untuk lepas dari piropilit menuju fasa antar muka tempat terjadinya reaksi pertukaran ion. Sedangkan kation yang bermuatan sama dengan jari-jari terhidrasi lebih kecil akan terikat lebih kuat (Dean,1985).



Gambar 4.2.1 Grafik pengaruh waktu kesetimbangan terhadap konsentrasi kation dalam filtrat



Gambar 4.2.2 Grafik pengaruh waktu kesetimbangan terhadap Ca^{2+} terserap dengan konsentrasi awal 300 ppm

Untuk percobaan selanjutnya waktu kesetimbangan yang digunakan adalah 120 menit. Hal ini diasumsikan bahwa waktu kesetimbangan untuk piropilit teraktivasi sudah tercapai, karena piropilit teraktivasi memiliki waktu kesetimbangan yang lebih cepat.

4.2. Aktivasi Mineral Piropilit dengan Larutan HCl

Sampel piropilit yang telah dipreparasi selanjutnya diaktivasi dengan HCl pada berbagai variasi konsentrasi yaitu 0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M dan 0,5M. Tujuan aktivasi ini, pertama untuk mengaktifkan situs-situs aktif pada permukaan piropilit, sehingga piropilit yang awalnya bermuatan netral akan menjadi lebih bersifat kationik (Gambar 2.4). Kedua, untuk melarutkan logam-logam yang ada pada piropilit agar pori-pori piropilit lebih terbuka.

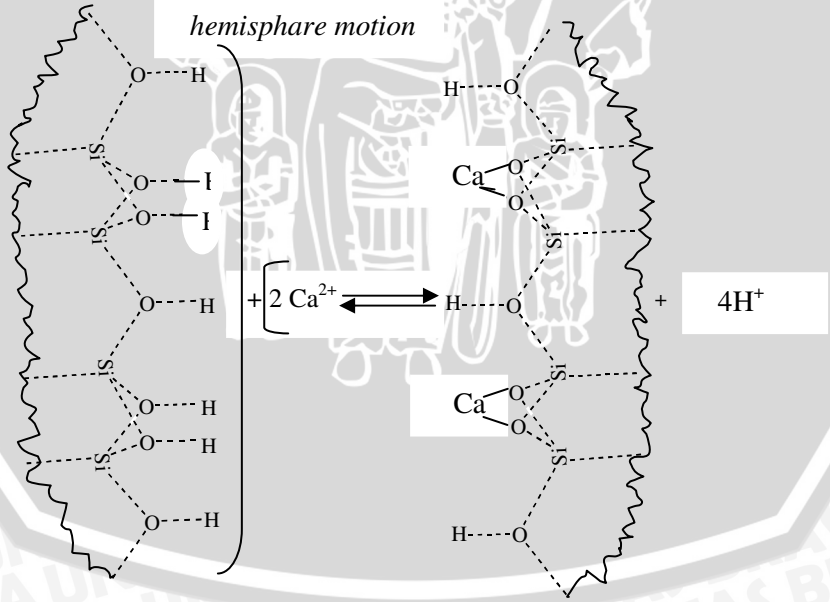
Pada proses aktivasi digunakan asam HCl, karena asam HCl dalam larutan akan melepaskan H^+ yang bermuatan satu. H^+ tersebut memiliki pergerakan ion yang lebih bebas dibandingkan kation yang bermuatan lebih besar. Oleh sebab itu, H^+ akan lebih mudah bertukaran dengan kation lain. Asam HCl mengandung Cl^- yang bersifat lebih hidrofob dibandingkan anion dari asam-asam yang lain, sedangkan mineral piropilit juga bersifat hidrofob. Hal tersebut mengakibatkan terjadinya tolakan antara Cl^- dengan piropilit, sehingga yang akan berikatan dengan piropilit sebagian besar adalah H^+.

Aktivasi ini disertai dengan pengocokan agar setiap bagian sampel dapat kontak dengan larutan HCl secara merata. Aktivasi mineral piropilit dilakukan dengan berbagai variasi konsentrasi HCl, untuk menentukan konsentrasi optimum HCl yang bisa menghasilkan nilai KTK maksimum. Selanjutnya piropilit hasil aktivasi disaring untuk memisahkan padatan piropilit dari filtrat dan piropilit dicuci sampai bebas klor, untuk menghilangkan H^+ bebas yang kemungkinan ada dalam piropilit. Lalu padatan piropilit dipanaskan pada temperatur 105ºC, untuk mendapatkan piropilit yang kering.

4.4. Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit Tanpa Teraktivasi dan Teraktivasi dengan Larutan Ca^{2+} 300 ppm

Berdasarkan Tabel 4.4.1 diketahui bahwa pH larutan HCl yang digunakan untuk mengaktivasi meneral piropilit berkisar antara 1,38 sampai 1,71. pH ini termasuk rendah. Menurut Keren dan Sparks (1995), pada pH sama dengan 4,2 menyebabkan atom O pada lapisan silika akan mengikat H^+ dan menjadi gugus hidroksil yang terikat pada atom Si (Si-O--H). Hal tersebut menyebabkan mineral piropilit yang awalnya bermuatan netral akan menjadi bersifat

kationik, sehingga bisa digunakan sebagai penukar kation (Gambar 2.3). Ion H^+ akan terikat dengan piropilit pada atom O, karena adanya gaya Van Der Waals dan dipengaruhi juga oleh gaya elektrostatik. Kation yang terikat pada mineral clay mempunyai energi panas yang menyebabkan terjadinya *hemisphare motion* di sekitar permukaan mineral, sehingga dimungkinkan H^+ dapat terlepas kembali. Pada saat itulah H^+ dapat tergantikan dengan kation lain yaitu Ca^{2+} dan keluar dari piropilit. Ion H^+ dapat tergantikan oleh Ca^{2+}, dikarenakan H^+ bermuatan lebih kecil dan memiliki jari-jari terhidrat yang lebih besar dibandingkan dengan Ca^{2+}. Dua situs aktif H^+ akan tergantikan oleh satu situs Ca^{2+}, karena muatan Ca^{2+} dua kali muatan H^+. Sebagian besar Ca^{2+} akan menggantikan H^+ pada lapisan silika, karena lapisan tersebut terletak pada bagian tepi struktur piropilit dan situs aktif pada lapisan silika lebih banyak daripada lapisan alumina. Namun, tidak menutup kemungkinan bahwa H^+ dari lapisan alumina juga dapat tertukar oleh Ca^{2+}. Kenyataan ini didukung dengan data nilai KTK yang didapatkan untuk piropilit tanpa aktivasi maupun teraktivasi (Tabel 4.4.2). Mekanisme tukar kation pada mineral piropilit yang sudah teraktivasi dapat dilihat di bawah ini :



Larutan Ca^{2+} 300 ppm dengan pH awal 6,32 setelah dikontakkan dengan piropilit maka terjadi penurunan pH mulai dari 6,12 sampai dengan 5,12 (Tabel 4.4.1).

Tabel 4.4.1 pH larutan HCl dan filtrat piropilit dari berbagai konsentrasi HCl setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

[HCl] M untuk aktivasi	pH awal larutan HCl untuk aktivasi	pH awal larutan Ca^{2+} 300 ppm	pH akhir filtrat setelah kontak
0	0	6,32	6,12
0,1	1,71	6,32	5,87
0,2	1,60	6,32	5,75
0,3	**1,54**	**6,32**	**5,12**
0,4	1,49	6,32	5,52
0,5	1,38	6,32	5,63

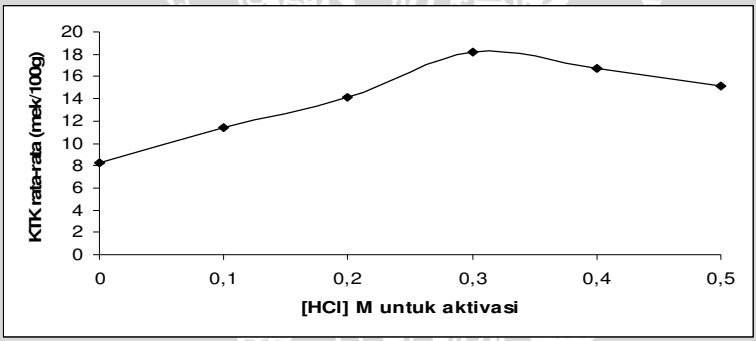
Hal ini menunjukkan bahwa ada H^+ yang dilepaskan ke fasa ruah, sehingga kondisinya akan semakin asam. Seharusnya semakin tinggi konsentrasi asam, semakin banyak impuritis yang terlarut dan mengakibatkan pori-pori piropilit semakin terbuka. Kenyataan yang berbeda diperoleh pada aktivasi 0,4 M dan 0,5 M mengalami kenaikan nilai pH secara signifikan. Fenomena tersebut dimungkinkan karena adanya sebagian H^+ yang tertahan pada lapisan piropilit di atasnya, yang didukung dengan data hasil analisis dengan metode BET, dimana terjadi penurunan luas permukaan spesifik dan volume pori, serta hanya sedikit kenaikan nilai jari-jari pori (Tabel 4.5.1.).

Berdasarkan data pada Tabel 4.4.2 dan Gambar 4.4.1 dapat dilihat bahwa nilai KTK piropilit meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang diperlukan untuk aktivasi yaitu dari 8,3 ± 0,3 mek/100 g menjadi 18,2 ± 0,3 mek/100 g. Kapasitas tukar kation maksimum terletak pada piropilit yang diaktivasi menggunakan konsentrasi optimum HCl yaitu 0,3 M dengan nilai KTK 18,2 ± 0,3 mek/100 g. Hal ini disebabkan makin tinggi konsentrasi HCl yang diperlukan untuk aktivasi, maka makin banyak jumlah H^+ yang masuk ke dalam piropilit. Setelah dikontakkan dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm, maka jumlah kation Ca^{2+} yang masuk

ke dalam piropilit dan mengalami proses pertukaran dengan kation H^+ juga makin meningkat sehingga nilai kapasitas tukar kationnya juga meningkat. Pada konsentrasi ini jumlah H^+ optimum yang keluar dari piropilit ditandai dengan banyaknya jumlah NaOH yang digunakan untuk titrasi filtrat.

Tabel 4.4.2 Hasil nilai kapasitas tukar kation piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi dengan HCl

[HCl] M untuk aktivasi	KTK (mek/100 g)			KTK rata-rata (mek/100 g)
	1	2	3	
0,0	8,4490	7,9520	8,4490	8,3 ± 0,3
0,1	11,4310	10,9280	11,9280	11,4 ± 0,5
0,2	13,9160	13,9160	14,4130	14,1 ± 0,3
0,3	**18,3890**	**17,8920**	**18,3890**	**18,2 ± 0,3**
0,4	16,4010	17,3950	16.4010	16,7 ± 0,6
0,5	15,0400	15,5100	15.0400	15,2 ± 0,3



Gambar 4.4.1. Grafik pengaruh konsentrasi HCl yang digunakan untuk aktivasi piropilit dengan KTK rata-rata.

Piropilit yang teraktivasi HCl 0,4 M dan 0,5 M, nilai kapasitas tukar kationnya mengalami penurunan (Gambar 4.4.1). Hal tersebut dimungkinkan karena banyak H^+ yang tertahan pada lapisan piropilit yang tertutup oleh impuritis, sehingga jumlah H^+ yang keluar dari piropilit makin sedikit. Struktur piropilit yang berlapis-lapis menyebabkan masih adanya impuritis yang terjebak dalam lapisan tersebut. Oleh karena itu, H^+ sulit keluar dari piropilit.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah, dapat diketahui bahwa nilai $F_{hitung} > F_{tabel}$ artinya terdapat pengaruh konsentrasi HCl pada proses pengaktifan mineral piropilit Arjosari pacitan terhadap nilai KTK menggunakan Ca^{2+}. Hal ini menunjukkan bahwa setiap konsentrasi HCl yang digunakan untuk aktivasi piropilit memberikan nilai KTK yang berbeda dengan kesalahan 1 %.

4.5.Pengaruh Aktivasi HCl terhadap luas permukaan spesifik, volume pori, jari-jari pori rata-rata Mineral Piropilit Arjosari Pacitan

Tabel 4.5.1 Data karakterisasi piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi

No	Karakterisasi Piropilit	Tanpa Aktivasi	Dengan Aktivasi
1	luas permukaan spesifik (m^2/g)	9,0422	3,5775
2	volume pori (cm^3/g)	$8{,}746 \times 10^{-3}$	$3{,}5207 \times 10^{-3}$
3	Jari-jari pori rata-rata (Å)	19,3	19,7

Terjadi penurunan nilai luas permukaan spesifik dari 9,0422 m^2/g (tanpa aktivasi) menjadi 3,5775 m^2/g (teraktivasi HCl 0,3 M), penurunan volume pori dari $8{,}746 \times 10^{-3}$ cm^3/g menjadi $3{,}5207 \times 10^{-3}$ cm^3/g (teraktivasi HCl 0,3 M). Hal ini mungkin disebabkan struktur piropilit yang berupa lapisan-lapisan sehingga dengan adanya aktivasi logam-logam yang larut tidak bisa lepas semuanya tetapi sebagian besar masih tertahan pada lapisan di atasnya. Oleh karena itu, banyak permukaan dan pori-pori mineral terisi kembali oleh impuritis dari lapisan sebelumnya. Hal tersebut menyebabkan H^+ tidak dapat keluar ke fasa ruah, sehingga nilai KTK pada aktivasi selanjutnya menjadi menurun. Sedangkan jari-jari pori rata-rata mengalami sedikit kenaikan dari 19,3 Å (tanpa aktivasi) menjadi 19,7 Å (teraktivasi HCl 0,3 M). Pada umumnya luas permukaan spesifik yang menurun akan menghasilkan jari-jari pori rata-rata yang juga menurun (Lowell dan Shields, 1984). Pada penelitian ini diperoleh hasil yang bertentangan, diduga hal ini disebabkan oleh sebaran ukuran pori-pori piropilit yang tidak merata dan masih adanya kandungan impuritis pada piropilit yang digunakan, sehingga jari-jari pori impuritis juga terukur. Selain itu, ada sedikit pori-pori mineral piropilit yang terbuka, akibat melarutnya logam-logam yang ada dalam mineral saat terjadi aktivasi.

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan dapat meningkatkan nilai KTK menggunakan Ca^{2+} dari 8,3 ± 0,3 mek/100 g menjadi 18,2 ± 0,3 mek/100 g atau sebesar 120 %.
2. Aktivasi asam pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan berpengaruh terhadap karakteristik mineral, yaitu menyebabkan :
   a. penurunan luas permukaan spesifik dari 9,0422 m^2/g menjadi 3,5207 m^2/g atau sebesar 60,44 %
   b. penurunan volume pori dari 8,746 x 10^{-3} cm^3/g menjadi 3,5207 x 10^{-3} cm^3/g atau sebesar 59,75 %
   c. kenaikan jari-jari pori dari 19,3 Å menjadi 19,7 Å atau sebesar 1,98 %

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh ukuran partikel mineral yang akan dikontakkan dan konsentrasi fase ruah (larutan Ca^{2+}) yang digunakan, serta pengaruh kalsinasi pada mineral piropilit alam Arjosari Pacitan terhadap peningkatan nilai KTK menggunakan Ca^{2+}.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim, 1996, Memperkenalkan Bahan Galian Golongan C di Jawa Timur : *Piropilit*, Dinas Pertambangan Daerah Propinsi Jawa Timur

Anonymous, 2005, Dana's New Mineralogy, http://www.und.nodak.edu/instruct/mineral/geol318/webpage/hirst/index2.htm, diakses tanggal 1 Juli 2007

Anonim, 2006, Phiropilit, http://www.tekmira.esdm.go.id., diakses tanggal 1 Juli 2007

Atastina S.B, Praswasti P.D.K. Wulan, dan Syarifudin, 1997, Penghilangan Kesadahan Air Yang Mengandung Ion Ca^{2+} Dengan Menggunakan Zeolit Alam Lampung Sebagai Penukar Kation,http://www.chemeng.ui.ac.id/~wulan/Materi/Research/Penghilangan%20Kesadahan%20air.pdf *Jurnal Ilmiah*, Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia Fakultas Teknik – Universitas Indonesia Kampus Baru UI, Depok, Jakarta

Bintara, M., 2007, Karakterisasi Piropilit Alam Arjosari Pacitan Jawa Timur, *Skripsi*, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

Bearat, H., Mc Kelvy, M. J., Chizmeshya, A. V. G., Sharma, R., and Carpenter, R. W., 2002, Magnesium Hydroxide Dehydration Carbonation Reaction Proces; Implication for Carbon Dioxide Mineral Sequestration, *Journal of American Ceramic Society*, vol. 85, 742-748

Basset, J., Jeffrey, G.H., dan Mendham, J., 1994, Kimia Analisis Kualitatif Anorganik, Edisi Keempat, Alih Bahasa: L. Setiono dan A.H.Pujaatmaka, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta, hal 472, 588-589

Cotton, F.A dan Wilkinson, G., 1987, Advanced Inorganik Chemistry, 5^{th}.ed., Wiley Interscience, New York, pp.143-162

Dean, J.A., Ed, 1985, Lange's Handbook of Chemistry**,** *13th ed.* New York: McGraw-Hill Book Co., www.IonAdventure.com, diakses tanggal 1 Nopembar 2007

Deer, W.A., Hawie, R.A., and Zussman, J., 1992, An Introduction To The Rock-forming Minerals, 2nd Ed., Pearson Prentice Hall, Harlow, England, pp.46-50

Dorfner, K., 1991, Ion Exchanger, Walter de Gruyter & Co., Berlin, pp. 496-504

Doftner, K. dan Hartono, A., 1995, IPTEK Penukar Ion, Andi Off Set, Jakarta

Effendi, H., 2003, Telaah Kualitas Air (Bagi Pengelolahan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan), *Kanisius*, Yogyakarta

Fyre, K., 1981, The Encyclopedia of Mineralogi : IVB, Hutchinson Ross Publishing Company, United State of America, pp.430

Hendayana, S., 1994, Kimia Analitik Instrumen, edisi ke-1, IKIP Semrang Press, Semarang, hal 143-148

Herdhiyanti, M.D, 2006, Penentuan Kapasitas Tukar kation Mineral Piropilit Sumbermanjing Malang Selatan terhadap ion Ca^{2+}, *Skripsi*, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

Keren, R., Gross, P. R., and Sparks, D. L., 1994, Equilibrium and Kinetics of Borate Adsorption-Desorption on Pyrophyllite in Aquaeous Suspensions, *Soil. Sci. Soc. Am. J*., 58 : 1116-1122

Keren, R., and Sparks, D.L, 1995, The Role of Edge Surface in Flocculation of 2:1 Clay Mineral, *Soil Sci.Soc.,Am.J.*, 58:1095-1100

Khopkar, S.M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik, UI Press, Jakarta, Hal 274-275

Klein, C., and Cornelius, S.H., 1985, Manual of Mineralogy, John Wiley and Sons, Canada, pp.430

Lowell and Shields, 1984, Powder Surface Area and Porosity, Chapmand and Hall,2nded., London

Oxtoby, D.W., H.P.Gillis, dan Norman, H. N., 2001, Prinsip-Prinsip Kimia Modern, Edisi Keempat, Jilid I, Erlangga, Jakarta, hal 161: 303

Riani, B., 1999, Pengaruh HCl Pada Aktivasi Zeolit Alam Turen terhadap Kapasitas Tukar Kation Ca^{2+} dan Mg^{2+}, *Skripsi*, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

Rivai, H., 1995, Asas Pemeriksaan Kimia, Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press), Jakarta, hal 49-55, 117, 135

Tan, K. H., 1998, Dasar-Dasar Kimia Tanah, Cetakan Kelima, Penerjemah Didiek, H. G., Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, hal. 101-114

Underson, I., 1991, Pretreatment and Preparation Analytical Chemistry by Open Learning, John Willey and Sons Inc., New York

Velde, 1992, Introduction to Clay Minerals, Chapman and Hall, London, pp. 34-36, 93-94

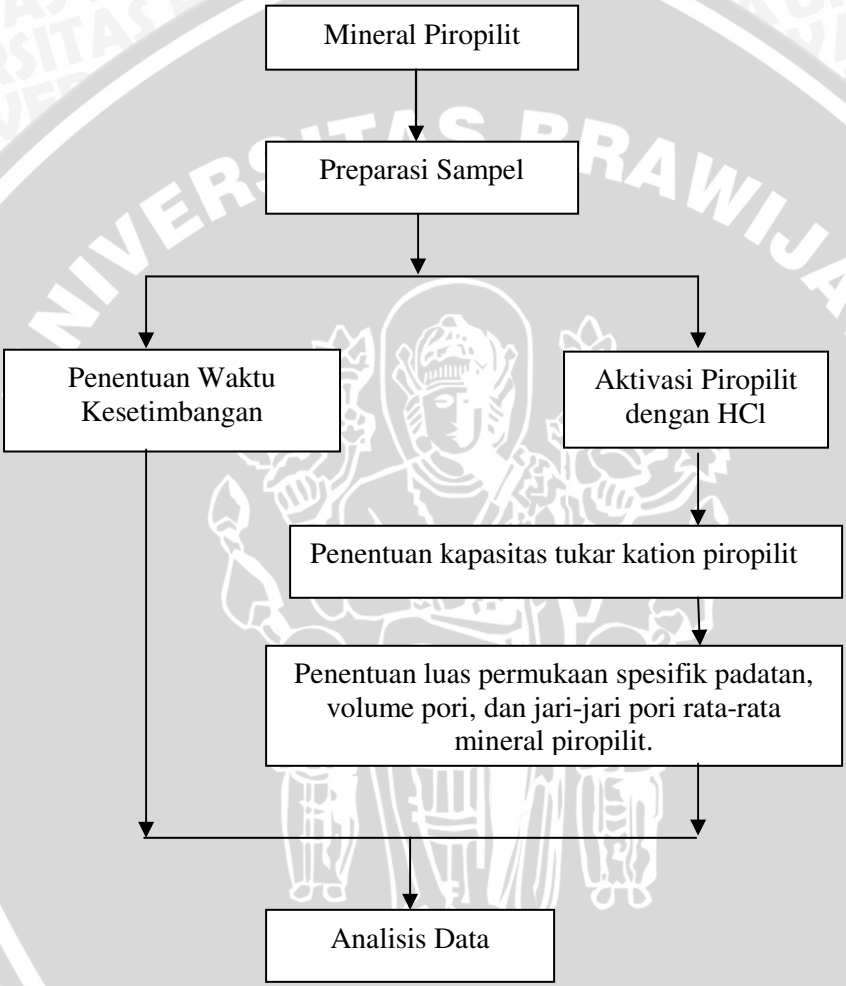
Wang, L., Zhang, M., and Redfern, A. A. T., 2003, Infrared Study of CO_2 incorporation into Pyrophyillit $\{Al_2SiO_{10}(OH)_2\}$ During Dehydroxylation, *clays and Clay Mineral, Vol. 51, no.4*, 439-444

Weber, W.J., 1972, Physicochemical Processes For Water Quality Control, John Wiley and Sons, Inc. New York, pp. 199, 229-296

Yitnosumarto, S., 1993, Percobaan, Perancangan, Analisis dan Interprestasinya, PT. Gramedia Utama, Jakarta

LAMPIRAN 1

TAHAPAN PENELITIAN



LAMPIRAN 2

PROSEDUR KERJA

2.1. Preparasi sampel

Piropilit

- ditumbuk
- diayak menggunakan ayakan berukuran 120 mesh
- diayak padatan yang lolos dengan menggunakan ayakan ukuran 150 mesh
- dicuci dengan akuades padatan yang tertahan, sampai pH filtrat sama dengan pH akuades
- dikeringkan pada temperatur 105^{o} C sampai berat konstan.

Hasil

2.2. Pembuatan kurva standar Ca^{2+}

Larutan Ca^{2+} 100 ppm

- dipipet 1, 5, 10, 15, 20 dan 30 mL dengan pipet volume
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang berbeda
- ditambahkan 1 mL HNO_3 pekat ke dalam masing-masing labu ukur tersebut
- diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades

Larutan Ca^{2+} 1, 5, 10, 15, 20 dan 30 ppm

- diukur absorbansinya pada λ maks 422,7 nm dengan SSA

Data Absorbansi Ca^{2+}

2.3. Pembuatan kurva standar Mg^{2+}

Larutan Mg^{2+} 10 ppm

- dipipet 5; 10; 15; 20; dan 25 mL dengan pipet volume
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang berbeda
- ditambahkan 1 mL HNO_3 pekat ke dalam masing-masing labu ukur tersebut
- diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades

Larutan Mg^{2+} 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 ppm

- diukur absorbansinya pada λ maks 285,2 nm dengan SSA

Data Absorbansi Mg^{2+}

2.4. Pembuatan kurva standar Na^{+}

Larutan Na^{+} 10 ppm

- dipipet 2; 4; 6; dan 8 mL dengan pipet volume
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang berbeda
- ditambahkan 1 mL HNO_3 pekat ke dalam masing-masing labu ukur tersebut
- diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades

Larutan Na^{+} 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 ppm

- diukur absorbansinya pada λ maks 589 nm dengan SSA

Data Absorbansi Na^{+}

2.5. Pembuatan kurva standar K^+

Larutan K^+ 10 ppm

- dipipet 5; 10; 15; dan 20 mL dengan pipet volume
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang berbeda
- ditambahkan 1 mL HNO_3 pekat ke dalam masing-masing labu ukur tersebut
- diencerkan sampai tanda batas dengan menambahkan akuades

Larutan K^+ 0,5; 1; 1,5; dan 2 ppm

- diukur absorbansinya pada λ maks 766,5 nm dengan SSA

Data Absorbansi K^+

2.6. Penentuan waktu kesetimbangan piropilit dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

Piropilit tanpa aktivasi dengan berat 0,2002 g

- dimasukkan dalam 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm
- disiapkan sebanyak 5 buah
- dikocok selama 60, 80, 100, 120, 140 menit menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm
- disaring dengan kertas saring whatman 42
- ditambahkan 2-3 tetes HNO_3 pekat ke dalam filtrat yang diperoleh
- diukur Absorbansi Mg^{2+}, Na^+, K^+ dalam filtrat dengan SSA pada λ maks masing-masing
- diukur Absorbansi Ca^{2+}, setelah filtrat diencerkan 25x
- dihitung konsentrasi masing-masing kation yang ada dalam filtrat
- dibuat kurva antara waktu kesetimbangan dan konsentrasi kation

Data Absorbansi Kation

2.7. Aktivasi piropilit dengan HCl

Sampel Piropilit yang baru

- dibuat sebanyak 5 buah, masing-masing 1,0001 g
- dimasukkan dalam erlemeyer berukuran 250 mL
- ditambah 100 mL HCl 0,1 M ; 0,2 M ; 0,3 M ;0,4 M dan 0,5 M (pH masing-masing larutan HCl diukur)
- dikocok 1 jam dengan kecepatan 200 rpm menggunakan pengocok elektrik
- didiamkan sebentar, lalu disaring dengan kertas saring whatman 42
- dicuci sampai bebas klor (filtrat ditambah 2-3 tetes $AgNO_3$ dan HNO_3, tidak menghasilkan endapan)
- dipanaskan pada temperatur 105 ^oC sampai berat konstan

Hasil

2.8. Penentuan kapasitas tukar kation piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi HCl dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

Piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi HCl masing-masing sebanyak 0,2002 g

- dimasukkan dalam erlemeyer 250 mL yang berbeda
- ditambahkan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm (diukur pH-nya terlebih dahulu)
- dikocok menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm pada temperatur kamar selama waktu kesetimbangan 120 menit (perlakuan 2.6)
- disaring dengan kertas saring whatman 42
- diukur pH akhir filtrat yang diperoleh
- filtrat dititrasi dengan NaOH 0,0994 M
- filtrat diencerkan 25x lalu diukur Absorbansi larutan Ca^{2+} dengan SSA pada λ maks 422,7 nm

Data

2.9. Penentuan luas permukaan spesifik padatan,volume pori, dan jari-jari pori rata-rata menggunakan metode BET

Piropilit dengan nilai KTK maksimum

- diukur luas permukaan spesifik padatan, volume pori, jari-jari pori rata-rata menggunakan metode BET

Data

LAMPIRAN 3

PEMBUATAN LARUTAN

3.1. Pembuatan Larutan Induk Ca^{2+} 1000 ppm

Ditimbang 3,6683 g $CaCl_2.2H_2O$ dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

3.2. Pembuatan larutan Ca^{2+} 100 ppm

Dipipet 10 mL larutan Ca^{2+} 1000 ppm dimasukkan labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

3.3. Pembuatan Larutan Ca^{2+} 300 ppm

Dipipet 300 mL larutan Ca^{2+} 1000 ppm dimasukkan labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

3.4. Pembuatan Larutan Mg^{2+} 10 ppm

Ditimbang 0,0836 g $MgCl_2.6H_2O$ dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Larutan Mg^{2+} 100 ppm yang dihasilkan diambil 10 mL, lalu dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.5. Pembuatan Larutan Na^+ 10 ppm

Ditimbang 0,0254 g NaCl dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Larutan Na^+ 100 ppm yang dihasilkan diambil 10 mL, lalu dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.6. Pembuatan Larutan K^+ 10 ppm

Ditimbang 0,0191 g KCl dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 10 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Larutan K^+ 100 ppm yang dihasilkan diambil 10 mL, lalu dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.7. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Dipipet 41,4 mL larutan HCl pekat (12,0746 M) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang telah berisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

Larutan HCl dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 M dibuat dengan mengencerkan masing-masing 25; 50; 75; 100 dan 125 mL HCl 1 M dalam labu ukur hingga volume akhir 250 mL.

3.8. Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Ditimbang 4,0001 g NaOH dan dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan akuades sebanyak 20 mL. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

LAMPIRAN 4

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

4.1. Perhitungan Pembuatan Larutan Induk Ca^{2+} 1000 ppm

Untuk Membuat Larutan Induk Ca^{2+} 1000 ppm Sebanyak 1000 mL maka:

Ar Ca = 40,08 g/mol
Mr $CaCl_2.2H_2O$ = 147,026 g/mol
1000 ppm Ca^{2+} = mg/L jika volume 1 L maka
1000 ppm Ca^{2+} = x mg/1 L
x = 1000 mg

sehingga $CaCl_2.2H_2O$ yang ditimbang adalah :

$$\text{Berat Ca} = \frac{\text{Ar Ca}}{\text{Mr } CaCl_2.2H_2O} \times \text{berat } CaCl_2.2H_2O$$

$$1000\text{ mg} = \frac{40{,}08\text{ g/mol}}{147{,}026\text{ g/mol}} \times \text{berat } CaCl_2.2H_2O$$

147026 = 40,08 x berat $CaCl_2.2H_2O$
Berat $CaCl_2.2H_2O$ = 3668,31 mg = 3,6683 g
Jadi, berat $CaCl_2.2H_2O$ yang harus ditimbang sebanyak 3,6683 g.

4.2. Perhitungan Pembuatan Larutan Mg^{2+}

Untuk membuat larutan Mg^{2+} 100 ppm sebanyak 100 mL maka:

Ar Mg = 24,32 g/mol
Mr $MgCl_2.6H_2O$ = 203,33 g/mol
100 ppm Mg^{2+} = mg/L jika volume 0,1 L maka
100 ppm Mg^{2+} = x mg/0,1 L
x = 10 mg

sehingga $MgCl_2.6H_2O$ yang ditimbang adalah :

$$\text{Berat Mg} = \frac{\text{Ar Mg}}{\text{Mr } MgCl_2.6H_2O} \times \text{berat } MgCl_2.6H_2O$$

$$10\text{ mg} = \frac{24{,}32\text{ g/mol}}{203{,}33\text{ g/mol}} \times \text{berat } MgCl_2.6H_2O$$

2033,3 = 24,32 x berat $MgCl_2.6H_2O$
Berat $MgCl_2.6H_2O$ = 83,606 mg = 0,0836 g

Jadi, berat $MgCl_2.6H_2O$ yang harus ditimbang sebanyak 0,0836 g

4.3. Perhitungan Pembuatan Larutan Na^+

Untuk membuat larutan Na^+ 100 ppm sebanyak 100 mL maka:

Ar Na = 22,991 g/mol
Mr NaCl = 58,448 g/mol
100 ppm Na^+ = mg/L jika volume 0,1 L maka
100 ppm Na^+ = x mg/0,1 L
x = 10 mg

sehingga NaCl yang ditimbang adalah :

$$\text{Berat Na} = \frac{\text{Ar Na}}{\text{Mr NaCl}} \times \text{berat NaCl}$$

$$10\,\text{mg} = \frac{22{,}991\,\text{g/mol}}{58{,}448\,\text{g/mol}} \times \text{berat NaCl}$$

584,48 mg = 22,991 x berat NaCl
Berat NaCl = 25,42 mg = 0,0254 g
Jadi, berat NaCl yang harus ditimbang sebanyak 0,0254 g

4.4. Perhitungan Pembuatan Larutan K^+

Untuk membuat larutan K^+ 100 ppm sebanyak 100 mL maka:

Ar K = 39,096 g/mol
Mr KCl = 74,553 g/mol
100 ppm K^+ = mg/L jika volume 0,1 L maka
100 ppm K^+ = x mg/0,1 L
x = 10 mg

sehingga KCl yang ditimbang adalah :

$$\text{Berat K} = \frac{\text{Ar K}}{\text{Mr KCl}} \times \text{berat KCl}$$

$$10\,\text{mg} = \frac{39{,}096\,\text{g/mol}}{74{,}553\,\text{g/mol}} \times \text{berat KCl}$$

745,53 = 39,096 x berat KCl
Berat KCl = 19,07 mg = 0,0191 g
Jadi, berat KCl yang harus ditimbang sebanyak 0,0191 g

4.5. Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1,0000 M Sebanyak 500 mL

BJ HCl pekat = 1,19 g/mL
Kadar HCl pekat = 37 % (b/v)
BM HCl = 36,465 g/mol
Maka konsentrasi HCl pekat :

$$M = \frac{BJ}{BM} \times \text{kadar} \times \frac{1000\ mL}{1\ L}$$

$$= \frac{1,19\ g/mL}{36,465\ g/mol} \times 0,37 \times \frac{1000\ mL}{1\ L}$$

= 12,0746 mol/L
= 12,0746 M

$M_1V_1 = M_2V_2$
12,0746 x V_1 = 1 M x 500 mL
12,0746 x V_1 = 500 mL

$$V_1 = \frac{500}{12,0746}$$

V_1 = 41,4 mL

Jadi, HCl 37 % (b/v) yang perlu dipipet sebanyak 41,4 mL

4.6. Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 0,1000 M Sebanyak 1000 mL

BM NaOH = 40 g/mol
Mol = M x V

$$\frac{\text{massa NaOH}}{\text{BM NaOH}} = M \times V$$

$$\frac{\text{massa NaOH}}{40\ g/mol} = 0,1000\ mol/L \times 1\ L$$

$$\frac{\text{massa NaOH}}{40\ g/mol} = 0,1000\ mol$$

massa = 0,1000 mol x 40 g/mol
= 4,0001 g

Jadi, NaOH yang perlu ditimbang sebanyak 4,0001 g

LAMPIRAN 5

STANDARISASI LARUTAN

1. Standarisasi Larutan NaOH

Ditimbang 0,6314 g $H_2C_2O_4.2H_2O$ dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades. Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Dimasukkan dalam buret.

Dipipet 5 mL larutan $H_2C_2O_4.2H_2O$ menggunakan pipet volume, ditambah 10 mL akuades, ditambah 1-2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna.

Tabel L.5.1 Penentuan konsentrasi NaOH

NO	V asam oksalat (mL)	[asam oksalat] (M)	V NaOH (mL)	[NaOH] (M)
1	5	0,0501	5,02	0,0998
2	5	0,0501	5,06	0,0990
			[NaOH] Rata-rata (M)	0,0994

$H_2C_2O_4.2H_2O + 2NaOH \longrightarrow Na_2C_2O_4 + 4H_2O$

$[H_2C_2O_4.2H_2O] = n / V$

$= 0,0501$ M

Mol $H_2C_2O_4.2H_2O = M \times V$

$= 0,0501$ M x 5 mL

$= 0,2505$ mmol

Mol NaOH = 2/1 x 0,2500 mmol = 0,501 mmol

Jadi, $[NaOH] = n / V$

$= 0,501$ mmol / 5,02 mL

$= 0,0998$ M

2. Standarisasi Larutan HCl

Ditimbang 5,3016 g Na_2CO_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 Na_2CO_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.5.2 Penentuan konsentrasi HCl 1 M

NO	V Na_2CO_3 (mL)	[Na_2CO_3] (M)	V HCl (mL)	[HCl] (M)
1	5	0,5002	4,55	1,0993
2	5	0,5002	4,56	1,0969
			[HCl] Rata-rata (M)	1,0981

$Na_2CO_3 + 2HCl \longrightarrow 2NaCl + H_2CO_3$

$[Na_2CO_3] = n / V$

$= 0,5002$ M

Mol $Na_2CO_3 = M \times V$

$= 0,5002$ M x 5 mL

$= 2,501$ mmol

Mol HCl = 2/1 x 2,501 mmol = 5,002 mmol

Jadi, $[HCl] = n / V$

$= 5,002$ mmol / 4,55 mL

$= 1,0993$ M

LAMPIRAN 6

PEMBUATAN KURVA STANDAR

1. Penentuan Regresi Linear Larutan Standar Ca^{2+}

Tabel.L.6.1 Hasil Pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Ca^{2+}

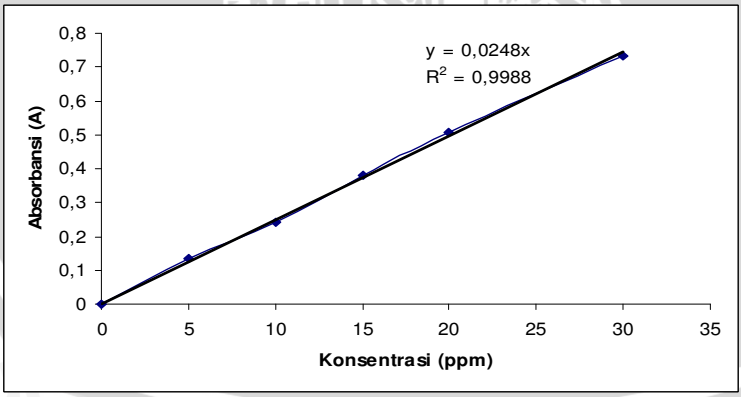
$[Ca^{2+}]$ ppm (X)	Absorbansi (Y)
0	0
5	0,1334
10	0,2422
15	0,3793
20	0,5073
30	0,7332

Persamaan Kurva Standar : Y = 0,0248 X ; R^2 = 0,9988

$$r = \frac{\sum XiYi}{\sqrt{\sum Xi^2 Y^2 i}} = \frac{40,9205}{\sqrt{1650x1,0352}} = 0,9988$$

$$a = \frac{\sum XiYi}{\sum Xi^2} = \frac{40,9205}{1650} = 0,0248$$

Keterangan : cara perhitungan di atas juga berlaku untuk perhitungan persamaan kurva standar dari larutan standar Mg^{2+}, Na^{+}, dan K^{+}.



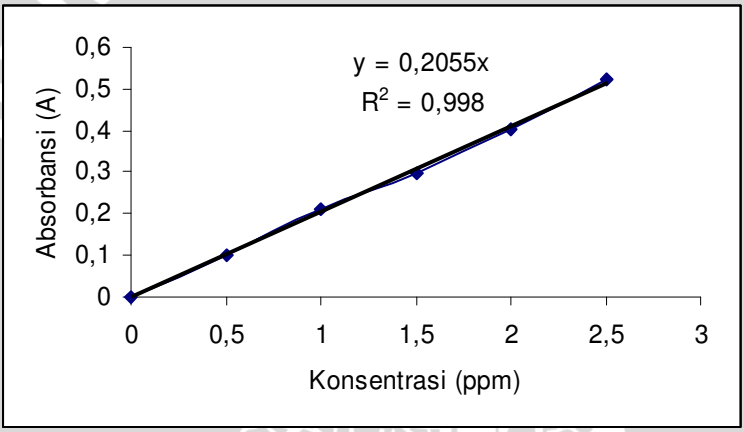
Gambar.L.6.1. Kurva Standar Ca^{2+} pada λ maks = 422,7 nm

2. Penentuan Regresi Linear Larutan Standar Mg^{2+}

Tabel.L.6.2. Hasil Pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Mg^{2+}

$[Mg^{2+}]$ ppm (X)	Absorbansi (Y)
0	0
0,5	0,0990
1,0	0,2134
1,5	0,2953
2,0	0,4053
2,5	0,5236

Persamaan Kurva Standar : Y = 0,2055 X ; R^2 = 0,998



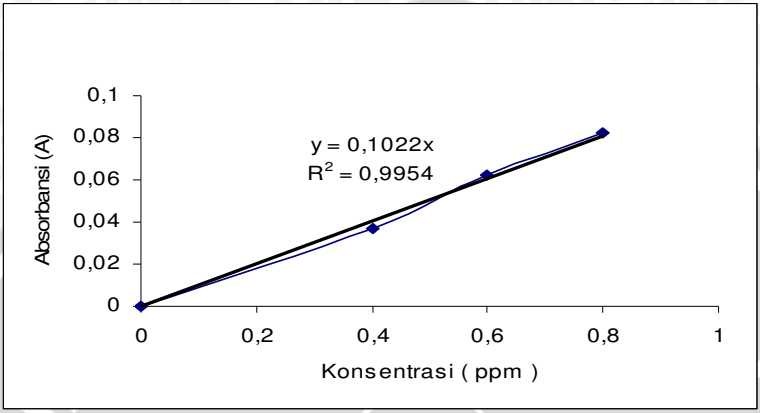
Gambar L.6.2. Kurva Standar Mg^{2+} pada λ maks = 285,2 nm

3. Penentuan Regresi Linear Larutan Standar Na^+

Tabel L.6.3. Hasil Pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Na^+

$[Na^+]$ ppm (X)	Absorbansi (Y)
0	0
0,2	0,0223
0,4	0,0371
0,6	0,0625
0,8	0,0823

Persamaan Kurva Standar Na^+ yaitu : y = 0,1022x; R^2 = 0,9954



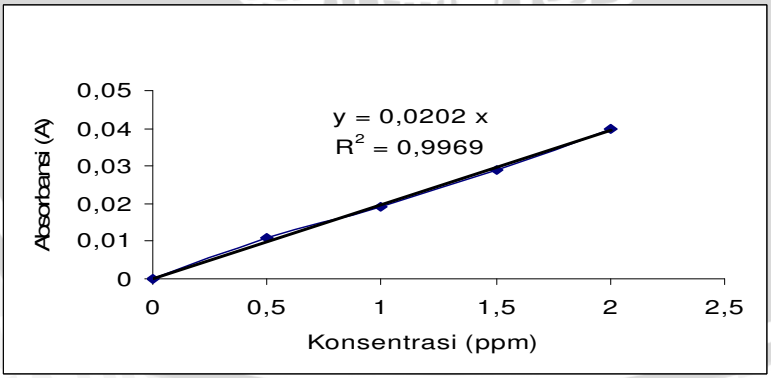
Gambar L.6.3. Kurva Standar Na^+ pada λ maks = 589 nm

4. Penentuan Regresi Linear Larutan Standar K^+

Tabel L.6.4. Hasil Pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi K^+

$[K^+]$ ppm (X)	Absorbansi (Y)
0	0
0,5	0,0114
1,0	0,0193
1,5	0,0297
2,0	0,0409

Persamaan Kurva Standar : Y = 0,0202 X ; R^2 = 0,9969



Gambar L.6.4. Kurva Standar K^+ pada λ maks = 766,5 nm

LAMPIRAN 7

PENENTUAN WAKTU KESETIMBANGAN

Tabel L.7.1 Konsentrasi kation pada penentuan waktu kesetimbangan dari 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm dengan 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi

No	Waktu (menit)	[Kation dalam filtrat] mek/100g			Ca^{2+} yang terserap (ppm)	Ca^{2+} yang terserap (mek/100g)
		Mg^{2+}	Na^{+}	K^{+}		
1	60	0,8454	1,1328	0,2743	12,4328	31,0199
2	80	1,0622	**1,3904**	0,5128	19,4556	48,5420
3	100	**1,2297**	1,3747	**0,6014**	30,2755	75,5378
4	120	1,2144	1,3506	0,5909	**39,2809**	**98,0063**
5	140	1,1950	1,3144	0,5402	37,5672	93,7306

Tabel L.7.2 Data konsentrasi Ca^{2+} yang terserap pada 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm.

No	Waktu	$[Ca^{2+}]$	Serapan Ca^{2+}			$[Ca^{2+}]$ dalam filtrat (ppm)			$[Ca^{2+}]$ terserap (ppm)			$[Ca^{2+}]$ terserap rata-rata	
	(menit)	awal (ppm)	1	2	3	1	2	3	1	2	3	ppm	mek/100g
1	60	300	0,2853	0,2851	0,2854	287,6008	287,3992	287,7016	12,3992	12,6008	12,2984	12,4328	31,0199
2	80	300	0,2781	0.2783	0,2785	280,3427	280,5444	280,7460	19,6573	19,4556	19,2540	19,4556	48,5420
3	100	300	0,2675	0,2678	0,2674	269,6573	269,9597	269,5565	30,3427	30,0403	30,4435	30,2755	75,5378
4	**120**	**300**	**0,2585**	**0,2588**	**0,2586**	**260,5847**	**260,8871**	**260,6855**	**39,4153**	**39,1129**	**39,3145**	**39,2809**	**98,0063**
5	140	300	0,2596	0,2603	0,2611	261,6935	262,3992	263,2056	38,3064	37,6008	36,7943	37,5672	93,7306

ada berbagai waktu pengocokan

Tabel L.7.3 Data konsentrasi Mg^{2+} yang keluar dari 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi setelah dikontakkan dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm.

No	Waktu (menit)	Serapan Mg^{2+}			$[Mg^{2+}]$dalam filtrat (ppm)			$[Mg^{2+}]$ dalam filtrat rata-rata	
		1	2	3	1	2	3	ppm	mek/100g
1	60	0,0423	0,0421	0,0423	0,2058	0,2049	0,2058	0,2055	0,8454
2	80	0,0534	0,0523	0,0535	0,2599	0,2545	0,2603	0,2582	1,0622
3	**100**	**0,0616**	**0,0614**	**0,0613**	**0,2998**	**0,2988**	**0,2983**	**0,2989**	**1,2297**
4	120	0,0608	0,0607	0,0605	0,2959	0,2954	0,2944	0,2952	1,2144
5	140	0,0598	0,0596	0,0597	0,2910	0,2900	0,2905	0,2905	1,1950

- $[Ca^{2+}]$dalam filtrat = $\frac{a}{A} x\ fp$

$= \frac{0,2585}{0,0248}$ x 25

= 260,5847 ppm

- $[Ca^{2+}]$terserap = $[Ca^{2+}]$awal – $[Ca^{2+}]$dalam filtrat

= 300 ppm – 260,5847 ppm

= 39,4153 ppm

Dihitung dengan cara yang sama untuk $[Ca^{2+}]$ terserap pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari $[Ca^{2+}]$ rata-rata. Dari $[Ca^{2+}]$ terserap rata-rata dalam ppm diubah menjadi mek/100 g

$= \frac{100mL}{1000mL} x\ [\ Ca^{2+}\ ]\ terserap\ rata\text{-}rata\ x\ 1L$

$= \frac{100mL}{1000mL}$ x 39,2809 mg/L x 1L

= 3,92809 mg

$= \frac{3,92809\ mg}{½.\ X\ 40,08\ mg/mek} \times \frac{100\ g}{0,2002\ g}$

= 98,0063 mek/100 g

- $[Mg^{2+}]$dalam filtrat = $\frac{a}{A} x\ fp$

$= \frac{0,0616}{0,2055}$ x 1 = 0,2998 ppm

Dihitung dengan cara yang sama untuk $[Mg^{2+}]$ dalam filtrat pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari $[Mg^{2+}]$ rata-rata. Dari $[Mg^{2+}]$ dalam filtrat rata-rata, dalam ppm diubah menjadi mek/100 g

$= \frac{100mL}{1000mL} x\ [\ Mg^{2+}\ ]\ dalam\ filtrat\ rata\text{-}rata\ x\ 1L$

$= \frac{100mL}{1000mL}$ x 0,2989 mg/L x 1L = 0,02989 mg

$= \frac{0,02989\ mg}{½.\ X\ 24,31\ mg/mek} \times \frac{100\ g}{0,2002\ g}$ = 1,2297 mek/100 g

Tabel L.7.4 Data kandungan Na^+ yang keluar dari 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi setelah dikontakkan dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm berdasarkan kurva standar pada berbagai lama kontak.

No	Waktu	Serapan Na^+			[Na^+]dalam filtrat (ppm)			[Na^+] dalam filtrat rata-rata	
	(menit)	1	2	3	1	2	3	ppm	mek/100g
1	60	0,0532	0,0531	0,0534	0,5205	0,5196	0,5225	0,5209	1,1328
2	**80**	**0,0652**	**0,0653**	**0,0655**	**0,6380**	**0,6389**	**0,6410**	**0,6393**	**1,3904**
3	100	0,0647	0,0655	0,0636	0,6331	0,6409	0,6223	0,6321	1,3747
4	120	0,0634	0,0633	0,0637	0,6204	0,6194	0,6233	0,6210	1,3506
5	140	0,0616	0,0619	0,0618	0,6027	0,6057	0,6047	0,6044	1,3144

.3 Kandungan Mg^{2+} yang keluar dari 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi setelah dikontakkan dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm berdasarkan kurva standar pada berbagai waktu pengocokan

Tabel L.7.5 Data konsentrasi K^+ yang keluar dari 0,2002 g piropilit tanpa aktivasi setelah dikontakkan dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 300 ppm.

No	Waktu (menit)	Serapan K^+			[K^+]dalam filtrat (ppm)			[K^+] dalam filtrat rata-rata	
		1	2	3	1	2	3	ppm	mek/100g
1	60	0,0042	0,0045	0,0043	0,2079	0,2228	0,2129	0,2145	0,2743
2	80	0,0081	0,0079	0,0083	0,4010	0,3911	0,4109	0,4009	0,5128
3	**100**	**0,0095**	**0,0097**	**0,0093**	**0,4703**	**0,4802**	**0,4604**	**0,4703**	**0,6014**
4	120	0,0093	0,0092	0,0095	0,4604	0,4554	0,4703	0,4621	0,5909
5	140	0,0086	0,0085	0,0085	0,4257	0,4208	0,4208	0,4224	0,5402

- $[Na^+]$dalam filtrat = $\frac{a}{A} x\ fp$

$= \frac{0,0652}{0,1022}$ x 1

= 0,6380 ppm

Dihitung dengan cara yang sama untuk $[Na^+]$ dalam filtrat pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari $[Na^+]$ rata-rata. Dari $[Na^+]$ dalam filtrat rata-rata, dalam ppm diubah menjadi mek/100 g

$= \frac{100mL}{1000mL} x\ [\ Na^+]\ dalam\ filtrat\ rata\text{-}rata\ \ x\ 1L$

$= \frac{100mL}{1000mL}$ x 0,6393 mg/L x 1L

= 0,06393 mg

$= \frac{0,06393\ mg}{22,99\ mg/mek} \times \frac{100\ g}{0,2002\ g}$

= 1,3904 mek/100 g

- $[K^+]$dalam filtrat = $\frac{a}{A} x\ fp$

$= \frac{0,0095}{0,0202}$ x 1 = 0,4703 ppm

Dihitung dengan cara yang sama untuk $[K^+]$ dalam filtrat pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari $[K^+]$ rata-rata. Dari $[K^+]$ dalam filtrat rata-rata dalam ppm diubah menjadi mek/100g

$= \frac{100mL}{1000mL} x\ [\ K^+]\ dalam\ filtrat\ rata\text{-}rata\ \ x\ 1L$

$= \frac{100mL}{1000mL}$ x 0,4703 mg/L x 1L

= 0,4703 mg

$= \frac{0,04703\ mg}{39,102\ mg/mek} \times \frac{100\ g}{0,2002\ g} = 0,6014$ mek/100 g

LAMPIRAN 8

PENENTUAN KAPASITAS TUKAR KATION PIROPILIT

Tabel L.8.1 Konsentrasi Ca^{2+} terserap oleh piropilit teraktivasi dengan berbagai konsentrasi HCl setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

No	[HCl]	[Ca^{2+}]	Serapan Ca^{2+}			[Ca^{2+}] dalam filtrat (ppm)			[Ca^{2+}] terserap (ppm)			[Ca^{2+}] terserap rata-rata	
	(M)	awal (ppm)	1	2	3	1	2	3	1	2	3	ppm	mek/100g
1	0	300	0,2585	0,2588	0,2586	260,5847	260,8871	260,6855	39,4153	39,1129	39,3145	39,2809	98,0063
2	0,1	300	0,2373	0,2376	0,2374	239,2137	239,5161	239,3145	60,7863	60,4839	60,6855	60,6519	151,3271
3	0,2	300	0,2023	0,2028	0,2026	203,9315	204,4355	204,2339	96,0686	95,5645	95,7661	95,7997	239,0213
4	**0,3**	**300**	**0,1893**	**0,1894**	**0,1897**	**190,8266**	**190,9274**	**191,2298**	**109,1734**	**109,0726**	**108,7702**	**109,0054**	**271,9695**
5	0,4	300	0,1922	0,1927	0,1929	193,7500	194,2540	194,4556	106,2500	105,7460	105,5444	105,8468	264,0888
6	0,5	300	0,2043	0,2041	0,2042	205,9476	205,7460	205,8468	94,0524	94,2540	94,1532	94,1532	234,9132

- $[Ca^{2+}]$dalam filtrat = $\frac{a}{A} x\ fp$

$= \frac{0{,}1893}{0{,}0248}$ x 25

= 190,8266 ppm

$[Ca^{2+}]$terserap = $[Ca^{2+}]$awal – $[Ca^{2+}]$dalam filtrat

= 300 ppm – 190,8266 ppm

= 109,1734 ppm

Dihitung dengan cara yang sama untuk $[Ca^{2+}]$ terserap pada pengulangan kedua dan ketiga kemudian dicari $[Ca^{2+}]$ rata-rata. Dari $[Ca^{2+}]$ terserap rata-rata dalam ppm diubah menjadi mek/100 g

$= \frac{100mL}{1000mL} x\ [\ Ca^{2+}]$ *terserap rata-rata x 1L*

$= \frac{100mL}{1000mL}$ x 109,0054 mg/L x 1L

= 10,90054 mg

$= \frac{10{,}90054 mg}{½.\ X\ 40{,}08\ mg/mek} \times \frac{100\ g}{0{,}2002\ g}$

= 271,9695 mek/100 g

Tabel L.8.2 Volume NaOH untuk titrasi filtrat piropilit teraktivasi dengan berbagai konsentrasi HCl sebelum dan setelah kontak dengan dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

V NaOH awal = 3 mL $\{V_1\}$

[HCl] M untuk aktivasi	V filtrat (mL)	V NaOH akhir 0,0994 N (mL) $\{V_2\}$			V NaOH rata-rata $\{V_2\}$
		1	2	3	
0,0	100	3,17	3,16	3,17	3,1667
0,1	100	3,23	3,22	3,24	3,2300
0,2	100	3,28	3,28	3,29	3,2833
0,3	**100**	**3,37**	**3,36**	**3,37**	**3,3667**
0,4	100	3,33	3,35	3,33	3,3367
0,5	100	3,32	3,32	3,33	3,3233

Tabel L.8.3 Hasil kapasitas tukar kation piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi HCl

[HCl] M untuk aktivasi	KTK (mek/100 g)			KTK rata-rata (mek/100 g)
	1	2	3	
0,0	8,4490	7,9520	8,4490	8,3 ± 0,3
0,1	11,4310	10,9280	11,9280	11,4 ± 0,5
0,2	13,9160	13,9160	14,4130	14,1 ± 0,3
0,3	**18,3890**	**17,8920**	**18,3890**	**18,2 ± 0,3**
0,4	16,4010	17,3950	16,4010	16,7 ± 0,6
0,5	15,0400	15,5100	15,0400	15,2 ± 0,3

Perhitungan untuk nilai KTK rata-rata

$KTK = (VNaOH_{(2)} - VNaOH_{(1)}) \times [NaOH] \times A \times B$

$= (3{,}37\ mL - 3\ mL) \times 0{,}0994\ N \times \frac{100\ mL}{100\ mL} \times \frac{100\ g}{0{,}2002\ g}$

$= 0{,}37\ mL \times 0{,}0994\ N \times 1 \times 500$

$= 18{,}2 \pm 0{,}3\ mek/100\ g$

Tabel L.8.4 Absorbansi kation dalam akuades setelah diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom

Kation	Absorbansi (A)
Ca^{2+}	0
Mg^{2+}	0
K^{+}	0
Na^{+}	0

LAMPIRAN 9

UJI STATISTIK PENENTUAN KAPASITAS TUKAR KATION

Tabel L.9.1 Hasil penentuan KTK piropilit tanpa aktivasi dan piropilit teraktivasi HCl setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

[HCl] (M)	KTK (1)	KTK (2)	KTK (3)	Total	KTK rata-rata
0	8,4490	7,9520	8,4490	24,8500	8,2833
0,1	11,4310	10,9280	11,9280	34,2870	11,4290
0,2	13,9160	13,9160	14,4130	42,2450	14,0817
0,3	18,3890	17,8920	18,3890	54,6700	18,2233
0,4	16,4010	17,3950	16,4010	50,1970	16,7323
0,5	15,0400	15,5100	15,0400	45,5900	15,1967
Total	68,5860	68,0830	69,5800	206,2490	68,7497

$$FK = \frac{\left[\sum_{j=1}^{p}\sum_{j=1}^{n} Yij\right]^2}{pxn} = \frac{[206,2490]^2}{18} = 2835,9100$$

Tabel L.9.2 Hasil penentuan KTK kuadrat piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi HCl setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

[HCl] (M)	KTK^2 (1)	KTK^2 (2)	KTK^2 (3)	Total
0	71,3856	63,2343	71,3856	206,0055
0,1	130,6678	119,4212	142,2772	392,3661
0,2	193,6551	193,6551	207,7346	595,0447
0,3	338,1553	320,1237	338,1553	996,4343
0,4	268,9928	302,5860	268,9928	840,5716
0,5	226,2016	240,5601	226,2016	692,9633
Total	1002,8565	999,0202	1028,5455	3030,4222

JK total = $\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{n} Yij$ – FK

= 3030,4222 – 2835,9100

= 194,5122

Tabel L.8.3 Hasil penentuan KTK total kuadrat piropilit tanpa aktivasi dan teraktivasi HCl setelah kontak dengan larutan Ca^{2+} 300 ppm

[HCl] (M)	KTK (1)	KTK (2)	KTK (3)	Total	Total^2
0	8,449	7,952	8,449	24,8500	617,5225
0,1	11,431	10,928	11,928	34,2870	1175,5984
0,2	13,916	13,916	14,413	42,2450	1784,6400
0,3	18,389	17,892	18,389	54,6700	2988,8089
0,4	16,401	17,395	16,401	50,1970	2519,7388
0,5	15,040	15,510	15,040	45,5900	2078,4481
Total	68,5860	68,0830	69,5800	206,2490	9086,3086

JK perlakuan = $\frac{\left[\sum_{j=1}^{p}\sum_{j=1}^{n} Yij\right]^2}{n}$ – FK

= $\frac{[9086,3086]}{3}$ – 2835,9100

= 192,8595

JK galat = JK total – JK perlakuan

= 194,5122 – 192,8595

= 1,6527

Analisis Ragam

SK	db	JK	KT	Fhitung	F 1%
Perlakuan	5	192,8595	48,2149	291,7314437	5,06
Galat	12	1,6527	0,1653		
Total	17	194,5122			

BNT (a) = ttabel (a/2;dbg) x v2KTg/n)

BNT (1%) = ttabel (0,005;15) x v2x0,1653/3

= 3,055 x 0,3319 = 1,0140

Tabel L.9.4 Statistika kapasitas tukar kation

[HCl] (M)	KTK rata-rata	8,2833	11,4290	14,0817	15,1967	16,7323	18,2233	* N
0	8,2833							a
0,1	11,4290	-3,1457						b
0,2	14,0817	-5,7984	-2,6527					c
0,5	15,1967	-6,9134	-3,7677	-1,1150				d
0,4	16,7323	-8,4490	-5,3033	-2,6506	-1,5356			e
0,3	18,2233	-9,9400	-6,7943	-4,1416	-3,0266	-1,4910		f

* Masing-masing perlakuan menunjukkan perbedaan yang signifikan

LAMPIRAN 10

TABEL BET

Tabel L.10.1 Data Luas Permukaan Spesifik Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Diaktivasi dengan Menggunakan HCl 0,3 M

Multi BET (Adsorption)

P/Po		BET Transform (1/{W[Po/P - 1]})
0.047251		121.512316
0.069509		142.060574
0.146494		215.249204
0.200949		257.214591
0.252217		305.704281
Slope	=	893.064331
Intercept	=	80.390013
Correlation Coefficient	=	0.999487
BET C	=	12.109145
Surface Area	=	2.504238 sq m
Specific Surface Area	=	3.577483 sq m/g

Tabel L.10.2 Data Volume Pori dan Jari-jari Pori Rata-Rata Piropilit Arjosari Pacitan Setelah Diaktivasi Menggunakan HCl 0,3 M

BJH (Adsorption)

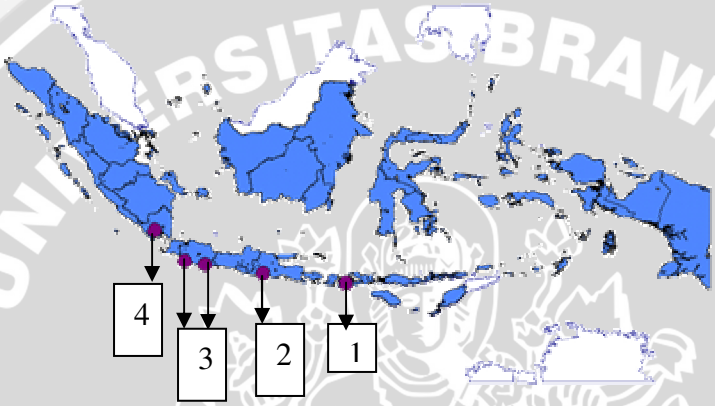
Pore Radius (Ang)	Cummulative Pore Area (sq m/g e-03)	Cummulative Pore Volume (cc/g e-03)
373.450402	2239.295133	3.259396
168.330229	2233.863045	3.157965
100.874999	2209.390687	2.951993
76.441849	2188.609600	2.847179
59.543649	2128.217725	2.616355
49.708083	2082.089011	2.479022
41.591436	1981.166245	2.228188
37.108337	1901.886460	2.063320
33.336741	1825.211573	1.921056
29.650908	1708.177101	1.725978
26.543242	1566.324066	1.515675
23.843036	1404.937757	1.301569
21.830206	1197.707462	1.054447
20.313534	1068.584546	0.913508
18.528628	862.414677	0.704106
17.136888	566.815336	0.430254
15.913894	504.460294	0.376825
14.760749	247.928368	0.172704
13.712060	195.983078	0.134367

Total Pore Volume is 3.520738 e-03 cc/g for all pores less than 500.366299 Angstrom.

Average pore radius is 19.682764 Angstrom.

LAMPIRAN 11

PETA PENYEBARAN MINERAL PIROPILIT DI INDONESIA



Keterangan :

3. Nusa Tenggara Barat
4. Jawa Timur (Malang dan Pacitan)
5. Jawa Barat
6. Pulau Sumatra

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Tabel L.7.4 Data kandungan Na^+ yang keluar dari 0,2000 g piropilit tanpa aktivasi setelah kontak 30 menit dengan 100 mL larutan Ca^{2+} 30 ppm berdasarkan kurva st

UNIVERSITAS BRAWIJAYA