

**PENGARUH UKURAN PARTIKEL DAN LAMA KALSINASI  
TERHADAP KAPASITAS TUKAR KATION (KTK)  
PIROPILIT-H NAWANGAN PACITAN  
MENGUNAKAN ION  $Mg^{2+}$**

**SKRIPSI**

oleh :  
**ARIEF PRIBADI**  
**0410920011-92**



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

**PENGARUH UKURAN PARTIKEL DAN LAMA KALSINASI  
TERHADAP KAPASITAS TUKAR KATION (KTK)  
PIROPILIT-H NAWANGAN PACITAN  
MENGUNAKAN ION  $Mg^{2+}$**

**SKRIPSI**

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

oleh :  
**ARIEF PRIBADI**  
**0410920011-92**



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

# LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

## PENGARUH UKURAN PARTIKEL DAN LAMA KALSINASI TERHADAP KAPASITAS TUKAR KATION (KTK) PIROPILIT-H NAWANGAN PACITAN MENGUNAKAN ION $Mg^{2+}$

oleh

**ARIEF PRIBADI**

**0410920011- 92**

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

**Dosen Pembimbing I**

**Dosen Pembimbing II**

**Siti Mutrofin, S.Si, M.Sc**

**NIP. 132 090 384**

**Qonitah F., S.Si, M.Si**

**NIP. 132 304 117**

**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 : Arief Pribadi

NIM : 0410920011-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi Terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan Menggunakan Ion  $Mg^{2+}$**

Dengan ini menyatakan bahwa :

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran,



Malang, 14 Januari 2007

Yang menyatakan.

(Arief Pribadi)

NIM. 0410920011-92

**PENGARUH UKURAN PARTIKEL DAN LAMA KALSINASI  
TERHADAP KAPASITAS TUKAR KATION (KTK)  
PIROPILIT-H NAWANGAN PACITAN  
MENGUNAKAN ION  $Mg^{2+}$**

**ABSTRAK**

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi terhadap kapasitas tukar kation piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$ . Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui profil dari ukuran partikel mineral piropilit-H dan lama kalsinasi terhadap nilai kapasitas tukar kation optimum dari piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$ . Pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi ditentukan dengan cara menukarkan ion  $H^+$  pada piropilit hasil aktivasi menggunakan larutan HCl 4M dan kalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam dengan kation penukar  $Mg^{2+}$  menggunakan pengocok elektrik. Pertukaran kation dilakukan selama 120 menit dengan kecepatan pengocokan 200 rpm pada variasi ukuran partikel (0,27-0,18), (0,18-0,13), (0,13-0,11), (0,11-0,09) dan (0,09-0,08) mm serta variasi lama kalsinasi 3,4,5,6 dan 7 jam. Penentuan nilai KTK piropilit-H Nawangan Pacitan dilakukan dengan menggunakan metode titrasi asam-basa, kandungan  $Mg^{2+}$  dalam filtrat diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom pada panjang gelombang Mg 285,2 nm dan proses dehidroksilasi dianalisis menggunakan Spektrofotometri Inframerah. Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa nilai kapasitas tukar kation optimum piropilit-H sebesar  $0,24 \pm 0,00$  mek/gram pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm dan lama kalsinasi 5 jam.

**THE EFFECT OF PARTICLE SIZE AND CALCINATION  
DURATION OF NAWANGAN PYROPHYLLITE-H's CATION  
EXCHANGE CAPACITY (CEC) BY  $Mg^{2+}$  ION**

**ABSTRACT**

The research about the effect of particle size and calcination duration of Nawangan pyrophyllite-H's Cation Exchange Capacity (CEC) by  $Mg^{2+}$  ion had been conducted. It was purposed to increase the Nawangan pyrophyllite-H's Cation Exchange Capacity (CEC). CEC values, the  $Mg^{2+}$  ion, and dehydroxylation process were determined using volumetric, Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), and Infrared Spectrophotometry respectively. Pyrophyllite-H size was varied of (0,27-0,18), (0,18-0,13), (0,13-0,11), (0,11-0,09), (0,09-0,08) mm and calcinated at 3,4,5,6 and 7 hours under temperature of 600 °C. The CEC of pyrophyllite-H was gained by counting the total number of  $H^+$  ion released by pyrophyllite-H after being contacted to  $Mg^{2+}$  ion. The resulted optimum Cation Exchange Capacity (CEC) of pyrophyllite-H was  $0,24 \pm 0,00$  meq/gram at particle size of (0,11-0,09) mm and calcination duration of 5 hours.



## KATA PENGANTAR

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

Skripsi yang berjudul ***Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$***  ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains dalam bidang kimia fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc. dan Qonitah Fardiyah S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini
2. Dr. Rurini Retnowati, MS. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
3. M. Farid Rahman, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
4. Dr. Ani Mulyasuryani, MS; Ir. Uswatun Hasanah, M.Si; Dr. drh. Aulanni'am, DES; dan Masruri, S.Si, M.Si selaku dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini
5. Bapak dan Ibu tercinta, terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama kuliah
6. Teman-temanku Kimia 2004, terima kasih telah banyak membantu dan saling berbagi selama ini

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

Malang, Januari 2008  
Penulis

## DAFTAR ISI

|                                         | Halaman |
|-----------------------------------------|---------|
| <b>HALAMAN JUDUL</b> .....              | i       |
| <b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....         | ii      |
| <b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....         | iii     |
| <b>ABSTRAK</b> .....                    | iv      |
| <b>ABSTRACT</b> .....                   | v       |
| <b>KATA PENGANTAR</b> .....             | vi      |
| <b>DAFTAR ISI</b> .....                 | vii     |
| <b>DAFTAR GAMBAR</b> .....              | ix      |
| <b>DAFTAR TABEL</b> .....               | x       |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....            | xi      |
| <b>BAB I PENDAHULUAN</b>                |         |
| 1.1 Latar Belakang .....                | 1       |
| 1.2 Perumusan Masalah .....             | 2       |
| 1.3 Batasan Masalah .....               | 2       |
| 1.4 Tujuan Penelitian .....             | 3       |
| 1.5 Manfaat Penelitian .....            | 3       |
| <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>          |         |
| 2.1 Mineral Piropilit Alam .....        | 4       |
| 2.2 Magnesium .....                     | 6       |
| 2.3 Aktivasi Mineral Piropilit .....    | 6       |
| 2.4 Pertukaran Ion                      |         |
| 2.4.1 Proses Pertukaran Ion .....       | 8       |
| 2.4.2 Keseimbangan Pertukaran Ion ..... | 9       |
| 2.4.2 Kapasitas Tukar Kation .....      | 10      |
| 2.5 Metode Titrasi Asam-Basa .....      | 13      |
| 2.6 Spektrofotometri Serapan Atom ..... | 14      |
| 2.7 Hipotesis .....                     | 14      |
| <b>BAB III METODOLOGI</b>               |         |
| 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....   | 15      |
| 3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....     | 15      |
| 3.2.1 Bahan Penelitian .....            | 15      |
| 3.2.2 Alat Penelitian .....             | 15      |
| 3.3 Tahap Penelitian .....              | 15      |
| 3.4 Prosedur Kerja                      |         |



|                                               |    |
|-----------------------------------------------|----|
| 3.4.1 Preparasi Sampel Piropilit .....        | 16 |
| 3.4.2 Pembuatan Kurva Baku $Mg^{2+}$ .....    | 16 |
| 3.4.3 Aktivasi Piropilit .....                | 16 |
| 3.4.4 Penentuan Ukuran Partikel Optimum ..... | 17 |
| 3.4.5 Kalsinasi Piropilit .....               | 17 |
| 3.4.6 Penentuan Lama Kalsinasi Optimum .....  | 18 |
| 3.4.7 Analisis Spektra Inframerah .....       | 18 |
| 3.4.8 Analisis Data .....                     | 18 |

#### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

|                                             |    |
|---------------------------------------------|----|
| 4.1 Preparasi Sampel Piropilit .....        | 21 |
| 4.2 Penentuan Ukuran Partikel Optimum ..... | 21 |
| 4.3 Penentuan Lama Kalsinasi Optimum .....  | 26 |

#### **BAB V KESIMPULAN**

|                      |    |
|----------------------|----|
| 5.1 Kesimpulan ..... | 30 |
| 5.2 Saran .....      | 30 |

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| <b>DAFTAR PUSTAKA</b> ..... | 31 |
| <b>LAMPIRAN</b> .....       | 36 |



## DAFTAR GAMBAR

|                                                                                                                                      | Halaman |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Gambar 2.1 Struktur Mineral Piropilit .....                                                                                          | 4       |
| Gambar 2.2 Situs Aktif Pertukaran Ion pada Mineral jenis<br><i>Clay</i> .....                                                        | 5       |
| Gambar 2.3 Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan .....                                                                             | 6       |
| Gambar 2.4 Penataulangan Atom pada Mineral Piropilit .....                                                                           | 7       |
| Gambar 2.5 Mekanisme Serapan dan Pancaran Energi pada<br>Spektrofotometri Serapan Atom .....                                         | 14      |
| Gambar 4.2.1 Grafik Hubungan antara Ukuran Partikel dengan<br>Nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit<br>terhadap ion $Mg^{2+}$ ..... | 22      |
| Gambar 4.3.1 Grafik Hubungan antara Lama Kalsinasi<br>dengan Nilai Kapasitas Tukar Kation<br>Piropilit terhadap ion $Mg^{2+}$ .....  | 26      |
| Gambar L.3.1 Kurva Baku $Mg^{2+}$ pada panjang gelombang<br>maksimum 285,2 nm .....                                                  | 40      |
| Gambar L.9.1 Spektra Inframerah Piropilit tanpa aktivasi .....                                                                       | 58      |
| Gambar L.9.2 Spektra Inframerah Piropilit dengan aktivasi<br>HCl 4M dan kalsinasi 5 jam .....                                        | 59      |



## DAFTAR TABEL

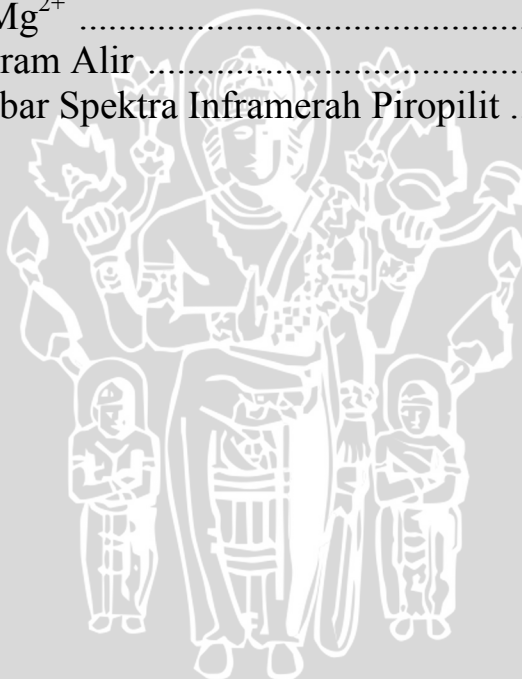
|                                                                                                                                                       | Halaman |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Tabel 2.4.2.1 Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh .....                                                                                   | 11      |
| Tabel 2.4.2.2 Konversi satuan ukuran partikel menurut BSS mesh .....                                                                                  | 12      |
| Tabel 3.4.8.1 Analisis Data.....                                                                                                                      | 19      |
| Tabel 3.4.8.2 Analisis sidik ragam satu arah .....                                                                                                    | 20      |
| Tabel 4.2.1 Perubahan pH filtrat piropilit setelah dikontakkan dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm.....                                                  | 25      |
| Tabel 4.3.2 Perubahan pH filtrat piropilit setelah dikontakkan dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm .....                                                 | 28      |
| Tabel L.2.1 Penentuan konsentrasi NaOH .....                                                                                                          | 38      |
| Tabel L.2.2 Penentuan konsentrasi HCl.....                                                                                                            | 39      |
| Tabel L.3.1 Hasil pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi $Mg^{2+}$ .....                                                                        | 40      |
| Tabel L.4.1 Volume NaOH untuk titrasi filtrat piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm .....          | 41      |
| Tabel L.4.2 Hasil penentuan kapasitas tukar kation piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm .....     | 41      |
| Tabel L.4.3 Data absorbansi larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm setelah dikontakkan dengan piropilit dengan variasi ukuran partikel .....                       | 42      |
| Tabel L.4.4 Perhitungan $[Mg^{2+}]$ yang terserap rata-rata dalam ppm menjadi mek/gram .....                                                          | 43      |
| Tabel L.4.5 Perbandingan antara nilai KTK $H^+$ dengan KTK Ion $Mg^{2+}$ .....                                                                        | 43      |
| Tabel L.5.1 Volume NaOH untuk titrasi filtrat piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm .....     | 44      |
| Tabel L.5.2 Hasil penentuan kapasitas tukar kation piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm..... | 44      |
| Tabel L.5.3 Data absorbansi larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm setelah dikontakkan dengan piropilit dengan variasi lama kalsinasi.....                         | 45      |



|             |                                                                                                                                                       |    |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabel L.5.4 | Perhitungan $[Mg^{2+}]$ yang terserap rata-rata dalam ppm menjadi mek/gram .....                                                                      | 46 |
| Tabel L.5.5 | Perbandingan antara nilai KTK $H^+$ dengan KTK Ion $Mg^{2+}$ .....                                                                                    | 46 |
| Tabel L.6.1 | Uji Staistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                               | 47 |
| Tabel L.6.2 | Uji Statistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                              | 47 |
| Tabel L.6.3 | Uji Statistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                              | 48 |
| Tabel L.6.4 | Analisis Ragam .....                                                                                                                                  | 48 |
| Tabel L.6.5 | Uji Beda Nyata Terkecil .....                                                                                                                         | 49 |
| Tabel L.7.1 | Uji Statistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                         | 50 |
| Tabel L.7.2 | Uji Statistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                         | 50 |
| Tabel L.7.3 | Uji Statistik Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan $Mg^{2+}$ .....                         | 51 |
| Tabel L.7.4 | Analisis Ragam .....                                                                                                                                  | 51 |
| Tabel L.7.5 | Uji Beda Nyata Terkecil .....                                                                                                                         | 52 |
| Tabel L.9.1 | Data Spektra Inframerah Piropilit Alam Nawangan Pacitan Tanpa Aktifasi dan Aktifasi dengan HCl 4M serta Kalsinasi pada Suhu 600 °C selama 5 jam ..... | 59 |

## DAFTAR LAMPIRAN

|                                                                                                                             | Halaman |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Lampiran 1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan .....                                                                          | 36      |
| Lampiran 2 Standarisasi Larutan.....                                                                                        | 38      |
| Lampiran 3 Pembuatan Kurva Baku .....                                                                                       | 40      |
| Lampiran 4 Penentuan Ukuran Partikel Optimum Piropilit .....                                                                | 41      |
| Lampiran 5 Penentuan Lama Waktu Kalsinasi Optimum<br>Piropilit .....                                                        | 44      |
| Lampiran 6 Uji Statistik Penentuan Ukuran Partikel Optimum<br>pada Nilai KTK Piropilit terhadap ion $Mg^{2+}$ .....         | 47      |
| Lampiran 7 Uji Statistik Penentuan Lama Waktu Kalsinasi<br>Optimum pada Nilai KTK Piropilit terhadap<br>ion $Mg^{2+}$ ..... | 50      |
| Lampiran 8 Diagram Alir .....                                                                                               | 53      |
| Lampiran 9 Gambar Spektra Inframerah Piropilit .....                                                                        | 58      |



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Keberadaan logam kalsium dan magnesium sebagai garam bikarbonat atau sulfat dalam air dapat menyebabkan kesadahan (Jenie, 1988). Mengingat adanya dampak negatif yang ditimbulkan oleh garam-garaman tersebut, maka perlu diupayakan cara penanganannya. (Alaerts, 1987). Salah satu metode penanganannya yang biasa digunakan adalah metode pertukaran kation yang di dalamnya berisi resin granular (butiran-butiran kecil) sebagai penukar kation (Syahputra, 2007) sedangkan untuk mengetahui kandungan logam kalsium dan magnesium dalam air dapat dilakukan salah satunya dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (Manahan, 1994).

Pada penelitian ini, dicoba untuk memanfaatkan mineral piropilit sebagai penukar kation. Hal ini didasarkan pada struktur piropilit yang mempunyai situs aktif pada permukaannya yaitu atom O (oksigen) yang terikat langsung pada lapisan silika. Situs aktif ini mempunyai pengaruh yang reaktif terhadap perubahan pH. Pada pH rendah ( $\text{pH} \leq 4,2$ ) maka situs O pada piropilit akan berubah menjadi situs asam Lewis ( $\text{HO}^+$ ) yang mampu menukarkan kation lain dengan valensi yang sama maupun berbeda. Akibatnya pada mineral piropilit tersebut dapat terjadi proses pertukaran ion sehingga diharapkan pemanfaatannya adalah untuk mengurangi tingkat kesadahan yang terdapat dalam air.

Namun, permasalahan yang muncul sekarang adalah nilai kapasitas tukar kation (KTK) dari mineral piropilit cenderung rendah, yang disebabkan oleh strukturnya yang bermuatan listrik netral (Keren, *et al*, 1994). Keadaan yang seperti ini dapat diatasi dengan mencoba mengaktifkan situs-situs aktif pada permukaan piropilit dengan cara proses aktivasi secara kimia yaitu dengan menambahkan larutan asam (Riani, 1999) sehingga piropilit dapat bermuatan positif dari ion  $\text{H}^+$  yang terikat pada lapisan silika serta aktivasi secara fisika dengan pemanasan atau proses kalsinasi pada suhu di bawah titik lelehnya (Sax and Lewis, 1987). Proses kalsinasi ini bertujuan untuk menghilangkan air kristal yang masih terperangkap dalam pori-pori piropilit atau terjadinya proses



dehidroksilasi sehingga memudahkan proses pertukaran ion misalnya pertukaran kation dengan  $Mg^{2+}$ .

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Fardiyah, dkk (2007) nilai KTK optimum piropilit alam Nawangan Pacitan yang berukuran (0,13-0,11) mm terhadap ion  $Mg^{2+}$  hanya dengan proses aktivasi menggunakan HCl 4M sebesar 15,53 mek/100gram dan untuk piropilit alam Sumbermanjing Malang Selatan ukuran (0,11-0,09) mm nilai KTK optimum terhadap ion  $Mg^{2+}$  sebesar 11,178 mek/100 gram dengan aktivasi HCl 0,2M disertai proses kalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam (Mutrofin, dkk.,2007).

Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini dilakukan variasi ukuran partikel dan lama kalsinasi terhadap nilai KTK piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan kation  $Mg^{2+}$  sebagai kation yang ditukarkan. Hal ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar pengaruh kedua faktor tersebut terhadap nilai KTK piropilit-H Nawangan Pacitan. Secara tidak langsung ukuran partikel dan lama kalsinasi mempengaruhi proses pertukaran kation pada mineral piropilit dengan kation lain misalnya kation  $Mg^{2+}$  (Chi and Richard, 1999).

Digunakannya ion  $Mg^{2+}$  sebagai kation yang dipertukarkan disebabkan ion  $Mg^{2+}$  banyak ditemukan dalam air atau tanah sehingga diharapkan aplikasi dari penentuan KTK piropilit-H Nawangan Pacitan ini adalah sebagai penukar kation untuk mengurangi tingkat kesadahan dalam air atau penukar kation dalam tanah walaupun nilai KTK-nya sangat rendah.

## 1.2 Perumusan Masalah

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

1. Bagaimanakah pengaruh ukuran partikel terhadap kapasitas tukar kation piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$  ?
2. Bagaimanakah pengaruh lama kalsinasi terhadap kapasitas tukar kation piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$  ?

## 1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mineral piropilit yang digunakan dalam penelitian diperoleh dari Desa Gondang, Kecamatan Nawangan Kabupaten Pacitan Jawa

Timur yang sudah diaktivasi dengan HCl 4M dan proses kalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam

2. Variasi ukuran partikel yang digunakan adalah (0,27-0,18); (0,18-0,13); (0,13-0,11); (0,11-0,09); dan (0,09-0,08) mm
3. Variasi lama waktu kalsinasi adalah 3 jam; 4 jam; 5 jam; 6 jam dan 7 jam.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi terhadap nilai kapasitas tukar kation piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini, diharapkan mampu untuk memberikan informasi tentang kemampuan piropilit-H Nawangan Pacitan dengan pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi dalam mempertukarkan ion  $H^+$  yang terdapat didalamnya dengan kation  $Mg^{2+}$  sehingga dapat meningkatkan penggunaan piropilit sebagai penukar kation dalam aplikasinya untuk mengurangi tingkat kesadahan dalam air maupun penukar kation dalam tanah.



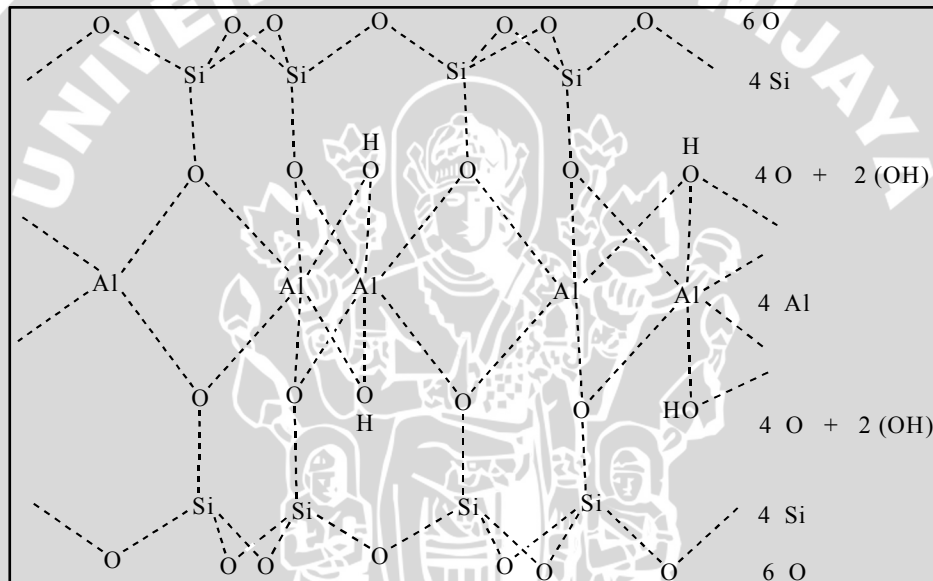
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Mineral Piropilit Alam

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

|             |                                                    |
|-------------|----------------------------------------------------|
| tetrahedral | $\text{Si}_2\text{O}_3$                            |
| oktahedral  | $\text{Al}_2\text{O}_4(\text{OH})_2$               |
| tetrahedral | $\text{Si}_2\text{O}_3$                            |
| total       | $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ |



**Gambar 2.1 Struktur Mineral Piropilit (Deer, *et al*, 1992)**

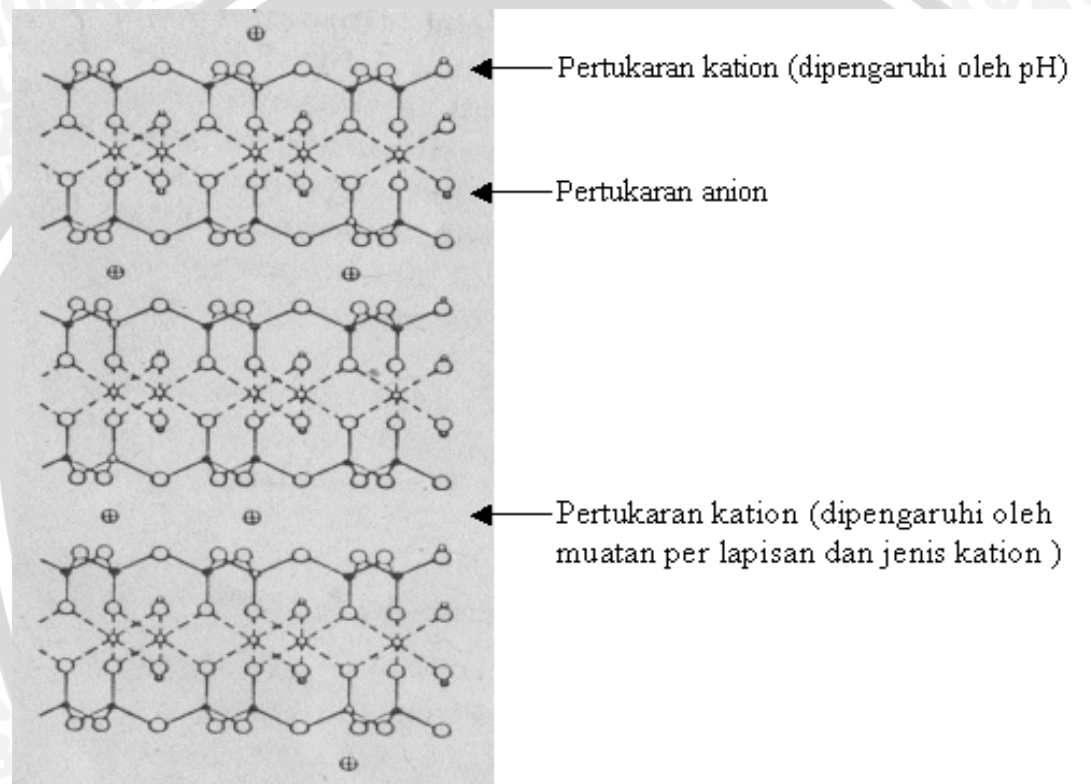
Struktur mineral piropilit di atas terdiri dari 2 lapisan tetrahedral silika dan lapisan oktahedral alumina dengan ikatan yang terjadi adalah ikatan elektrostatik yang lemah dan adanya gaya Van Der Waals (Powell, 1998). Ruang-ruang antar lapisan tetrahedral dan oktahedral itulah yang kemungkinan dapat terisi oleh adanya ion-ion seperti  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Na}^{+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^{+}$  dan hematit (Dofner dan Hartono, 1995) akibatnya dapat terjadi proses pertukaran ion.

Piropilit merupakan mineral yang isomorf dengan mineral *talc* yaitu mempunyai sifat-sifat fisika yang sama dengan *talc* diantaranya berwarna putih keabu-abuan, massa jenis  $2,65\text{-}2,85 \text{ g/cm}^3$ , belahan sempurna, sifat cerat putih dan derajat kekerasan antara 1-1,5 sehingga dapat dikatakan piropilit adalah mineral yang cukup halus



jika digores menggunakan kuku. Mempunyai titik leleh dengan kenaikan suhu antara 1315 °C sampai 2093 °C (Grant, 1972).

Pemanfaatan piropilit sangat berguna dan penting untuk beberapa aplikasi di bidang industri terutama pada pembuatan keramik, gelas, adsorben, dan katalis. Di samping itu dengan pemanasan pada suhu sampai 800 °C piropilit hanya kehilangan komponen airnya tanpa mengalami perubahan kisi-kisinya, sehingga piropilit juga berpotensi sebagai produk refraktori (Bearat, dkk, 2002).



**Gambar 2.2 Situs Aktif Pertukaran Ion pada Mineral jenis clay (Dorfner, 1991)**

Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Nindya (2005), komposisi kimiawi dari mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terdiri dari  $\text{SiO}_2$  sebesar 93,87 %;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 4,63 %;  $\text{MgO}$  sebesar 0,0014 %;  $\text{CaO}$  0,0014 %;  $\text{K}_2\text{O}$  0,011 %;  $\text{Na}_2\text{O}$  0,0022 %; dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,02 % dalam 100 gram sampel piropilit. Mineral piropilit alam Nawangan Pacitan ini berbentuk padatan kristalin dan diperkirakan mempunyai sistem kristal triklinik dengan total kadar komposisi kimiawi sebesar 98,54 % (b/b) serta mengandung mineral kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ), dan hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).



**Gambar 2.3 Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan  
(Anonim, 1996)**

Menurut perhitungan dari penelitian Nindya (2005) menggunakan metode BET didapatkan luas permukaan spesifik sebesar  $8,0616 \text{ m}^2/\text{g}$ , volume pori total sebesar  $8,7643 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g}$  dan diameter rata-rata pori sebesar  $43,486 \text{ \AA}$ , dan analisis menggunakan spektrofotometri inframerah menunjukkan adanya 2 gugus fungsional OH yang spesifik untuk piropilit pada bilangan gelombang  $3647,72 \text{ cm}^{-1}$  dan  $3628,43 \text{ cm}^{-1}$ .

## **2.2 Magnesium**

Magnesium merupakan logam berwarna putih keperakan pada temperatur kamar dengan titik didih  $650^\circ\text{C}$  dan titik leleh  $1100^\circ\text{C}$  serta mempunyai jari-jari atom  $150 \text{ pm}$ . Beberapa senyawa magnesium dapat ditemukan pada mineral alam, contohnya dolomit ( $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ ), magnesit ( $\text{MgCO}_3$ ), *talc*, olivine, kieresit ( $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) dan karnalit ( $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Huheey, 1983).

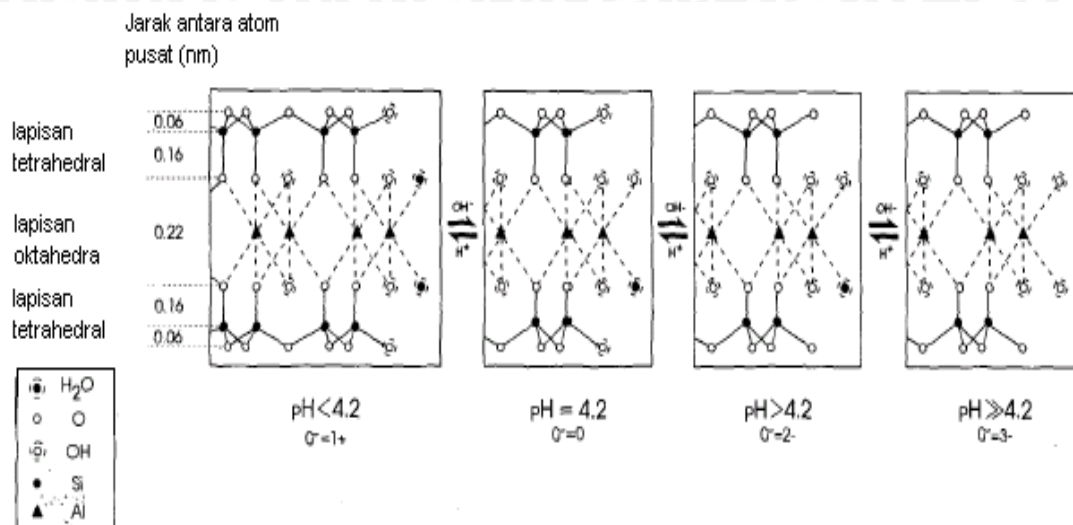
Magnesium adalah salah satu unsur yang dapat menimbulkan kesadahan dalam bentuk magnesium karbonat dan menyebabkan timbulnya rasa pada air. Kelebihan unsur ini dapat menimbulkan depresi susunan syaraf pusat dan otot-otot. Toksisitas banyak tergantung pada anion yang terikat pada kation magnesium (Soemirat, 1994).

## **2.3 Aktivasi Mineral Piropilit**

Suatu mineral alam yang mempunyai kemampuan sebagai adsorben maupun sebagai penukar ion, teknik aktivasinya dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu aktivasi secara kimia dan fisika. Proses aktivasi secara kimia, biasanya dilakukan dengan menggunakan asam mineral misalnya HCl (asam klorida). Hal ini dimaksudkan untuk mengaktifkan situs-situs aktif yaitu gugus O (atom oksigen) menjadi gugus  $\text{HO}^+$  pada bagian tepi suatu mineral



piropilit yang secara langsung terikat oleh lapisan silika dan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat dalam piropilit sehingga memungkinkan terjadinya proses pertukaran ion (kation) dengan ion  $H^+$  dari asam yang digunakan (Keren, *et al*, 1995).



**Gambar 2.4 Penataulangan Atom pada Mineral Piropilit (Keren, *et al*, 1995)**

Situs pertukaran kation yang paling reaktif pada permukaan mineral jenis *clay* adalah atom oksigen yang terdapat pada lapisan silika dan dapat membentuk situs  $HO^+$ . Pada bagian tepi lapisan silika mineral piropilit, adanya situs  $HO^+$  yang letaknya terhubung dengan jenis situs  $HO^+$  yang lain yaitu situs yang terikat pada permukaan lapisan tetrahedral tepatnya pada situs  $Si(IV)$ , kedua posisi situs  $HO^+$  ini mempunyai peranan yang sangat penting dalam kemampuannya untuk proses pertukaran kation (Dofner, 1991).

Situs aktif atom oksigen (O) pada struktur mineral piropilit di atas juga mempunyai pengaruh yang reaktif terhadap perubahan pH. Pada pH rendah (pH asam) maka situs (O) akan berubah menjadi situs asam Lewis yaitu  $HO^+$  sedangkan pada pH tinggi (pH basa) akan menjadi situs basa Lewis (Keren, *et al*, 1994).

Untuk mekanisme aktivasi secara fisika dapat dilakukan dengan menggunakan proses kalsinasi yaitu proses pemanasan suatu padatan pada temperatur di bawah titik leburnya (Sax and Lewis, 1987). Tujuan dari proses kalsinasi ini adalah untuk menguapkan air kristal yang terperangkap dalam pori-pori kristal piropilit dan juga untuk menghilangkan pengotor  $K_2O$  (mempunyai titik leleh  $350^\circ C$ ), sehingga jumlah pori-pori dan luas permukaan spesifiknya dapat



bertambah. Oleh karena itu, peristiwa pertukaran ion yang terdapat di dalam rongga-rongga antar lapisan piropilit dapat terjadi (Dorfner, 1991).

Penelitian tentang proses kalsinasi pada mineral piropilit yang dilakukan dengan temperatur antara 200 °C sampai 1250 °C menunjukkan suatu fenomena baru yaitu masuknya molekul CO<sub>2</sub> (bukan sebagai gas bebas karbondioksida) dalam kisi-kisi piropilit selama proses dehidroksilasi berlangsung (lepasnya molekul air kristal yang dimulai pemanasan diatas temperatur 450 °C). Hasil ini telah diuji dengan menggunakan spektroskopi inframerah (spektrometer Bruker IFS 66v pada daerah bilangan gelombang 2000 – 13000 cm<sup>-1</sup> pada temperatur kamar, lubang laser 1-2,5 mm, lampu tungsten, nitrogen cair yang didinginkan dengan Hg-Cd detektor telurium, dan CaF<sub>2</sub> beam, masing-masing spektrum diukur dengan menggunakan resolusi 2 cm<sup>-1</sup> dengan jumlah scan 350-512, serta pengukuran telah dilakukan dalam kondisi dibawah tekanan vakum). Keberadaan molekul CO<sub>2</sub> pada kisi piropilit terlihat pada bilangan gelombang sekitar 2347 cm<sup>-1</sup>. Dengan naiknya temperatur kalsinasi menyebabkan intensitas CO<sub>2</sub> berkurang karena sebagian molekul CO<sub>2</sub> akan berubah menjadi molekul CO yang terdeteksi pada bilangan gelombang sekitar 2156 cm<sup>-1</sup> dan tidak menutup kemungkinan bisa juga terbentuk molekul karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) (Wang, *et al* , 2003)

## 2.4 Pertukaran Ion

### 2.4.1 Proses Pertukaran Ion

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

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

Untuk reaksi pertukaran kation pada golongan mineral jenis *clay* tipe 2:1, dipengaruhi oleh adanya 2 lapisan tetrahedral ( $\text{SiO}_4$ ) yang dihubungkan dengan lapisan oktahedral (yang terikat oleh logam divalen atau trivalen) dan situs aktif hidroksida ( $\text{HO}^+$ ) yang berada pada bagian tepi lapisan silika struktur mineral. Pada mineral piropilit ( $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ) mempunyai 2 lapisan tetrahedral silika dan lapisan oktahedral alumina dengan ikatan yang terjadi adalah ikatan elektrostatis yang lemah dan adanya gaya Van Der Waals menyebabkan dapat terjadi proses pertukaran ion. (Powell, 1998).

Penelitian yang telah dilakukan Chi and Richard (1999) untuk mineral jenis kaolinit menyatakan bahwa proses pertukaran kation kaolinit lebih mudah terjadi pada situs  $\text{HO}^+$  daripada pertukaran kation pada gugus  $\text{Al}^{3+}/\text{Si}^{4+}$ . Hal ini berlaku juga pada mineral piropilit, adanya situs  $\text{HO}^+$  pada bagian tepi permukaan lapisan silika piropilit menyebabkan proses pertukaran kation lebih mudah terjadi daripada substitusi pada gugus  $\text{Al}^{3+}/\text{Si}^{4+}$ . Hal ini disebabkan situs  $\text{HO}^+$  memiliki muatan positif (kation) yang berasal dari atom hidrogen bebas sehingga dimungkinkan terjadi proses ionisasi situs aktif  $\text{HO}^+$  pada larutan sehingga situs  $\text{HO}^+$  tersebut mampu untuk menarik kation-kation lain saat dipertukarkan dengan mineral piropilit. Proses pertukaran kation dapat terjadi karena terdapat ikatan yang putus di sekitar tepi yaitu pada lapisan silika, terjadi proses substitusi atau pertukaran ion pada kisi-kisi mineral, dan lepasnya ion  $\text{H}^+$  dari permukaan lapisan silika (Grim, 1968)

#### 2.4.2 Keseimbangan Pertukaran Ion

Jika awalnya padatan mengandung *counter ion* A, kemudian didalamnya dialiri larutan elektrolit yang mengandung kation B, maka akan timbul daya dorong yang disebabkan perbedaan konsentrasi spesi *counter ion* dalam larutan dan padatan. Hal ini akan menyebabkan difusi kation A kedalam larutan dan kation B kedalam padatan. Pertukaran akan berjalan terus sampai dicapai keadaan setimbang (Weber, 1972).

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

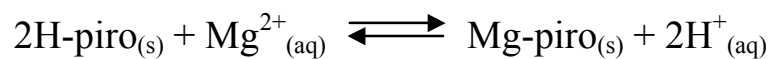


Reaksi pertukaran ion dapat didefinisikan sebagai reaksi pertukaran yang reversible antara ion yang terdapat pada fasa padat (penukar ion) dengan ion dalam fasa larutan. Apabila resin sebagai penukar



kation mempunyai afinitas yang cukup besar daripada kation yang berada dalam larutan, maka kesetimbangan akan sepenuhnya bergeser ke arah kanan.

Pada mineral piropilit, proses pertukaran ion dapat terjadi disebabkan adanya ion  $H^+$  yang terikat pada situs aktif ( $HO^+$ ) 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  $Mg^{2+}$ . Reaksi kesetimbangan pertukaran kation pada piropilit yang mengandung ion  $H^+$  adalah (Dorfner, 1991) :



#### 2.4.2 Kapasitas Tukar Kation

Kapasitas Tukar Kation (KTK) adalah jumlah total pertukaran ion terserap pada luas permukaan suatu mineral (Velde, 1992). Kation adalah ion yang bermuatan positif misalnya  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $H^+$ ,  $Al^{3+}$ , dan sebagainya. Di dalam tanah kation-kation tersebut terlarut di dalam air tanah atau diserap oleh koloid-koloid tanah. Banyaknya kation (dalam miliekivalen) yang dapat diserap oleh tanah per satuan berat tanah (biasanya per 100 g) dinamakan dengan kapasitas tukar kation (KTK).

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi nilai kapasitas tukar kation (KTK) dari suatu mineral jenis *clay* adalah muatan pada lapisan mineral yang disumbangkan oleh situs aktif dan muatan pada jenis kation yang dipertukarkan (Dorfner, 1991)

Faktor-faktor lain yang dapat mempengaruhi proses pertukaran kation adalah (Anwar dan Komar, 1985) :

1. Ukuran partikel

Ukuran partikel merupakan faktor yang sangat penting daripada pengaruh kristalinitas pada proses pertukaran kation suatu mineral jenis *clay*. Dengan ukuran partikel yang sangat kecil maka nilai KTK-nya akan semakin besar (Kelley and Jenny, 1936). Hal ini disebabkan semakin kecil ukuran partikel maka luas permukaan mineral dapat meningkat. Begitu juga dengan jumlah ikatan yang terputus pada bagian tepi mineral jenis *clay*. Hal tersebut disebabkan oleh semakin banyaknya keberadaan situs-situs aktif pada permukaan atau tepi struktur mineral piropilit. Nilai ukuran partikel tersebut dihubungkan



dengan diameter partikel mineral bukan sebagai ketebalan mineral (kristalinitas). Akibat adanya ikatan yang putus pada situs  $\text{HO}^+$  di tepi kisi mineral (lapisan silika) menyebabkan terjadi pertukaran kation dengan kation lain.

Penelitian oleh Chi and Richard (1999) menunjukkan bahwa ukuran partikel berhubungan dengan gaya ikatan yang terdapat pada 3 lapisan piropilit. gaya ikatan tersebut dipengaruhi oleh densitas muatan dan luas permukaan partikel.

Butiran atau granula pada penukar ion umumnya mempunyai ukuran partikel antara 0,04 sampai 1 milimeter (mm). Ukuran partikel yang lebih dari 1 mm akan cenderung terpisahkan selama proses preparasinya. Satuan ukuran partikel biasanya dalam bentuk mesh. Satuan ini dapat dikonversikan menurut satuan Amerika (US mesh) atau Inggris (BSS mesh) (Dorfner, 1991).

- US mesh

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

**Tabel 2.4.2.1 Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh**

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

- BSS mesh

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

**Tabel 2.4.2.2 Konversi satuan ukuran partikel menurut BSS mesh**

| BSS mesh | Diameter partikel (mm) |
|----------|------------------------|
| 10       | 1,5                    |
| 20       | 0,735                  |
| 30       | 0,485                  |
| 40       | 0,360                  |

|     |       |
|-----|-------|
| 50  | 0,286 |
| 60  | 0,235 |
| 70  | 0,200 |
| 80  | 0,173 |
| 90  | 0,155 |
| 100 | 0,136 |
| 120 | 0,125 |
| 140 | 0,093 |
| 160 | 0,079 |
| 180 | 0,069 |
| 200 | 0,061 |

2. Muatan ion (kation atau anion)

Ion yang bermuatan sama dengan jari-jari terhidrasi lebih kecil akan terikat lebih kuat pada piropilit. Pada larutan yang mempunyai konsentrasi rendah, proses pertukaran kation akan meningkat sebanding dengan meningkatnya elektron valensi dari kation yang dipertukarkan pada temperatur kamar (25 °C) (Vogel, 1961)

3. Larutan yang mempertukarkan

Semakin besar konsentrasi larutan, semakin banyak pula jumlah zat terlarut (*solut*) yang dapat dipertukarkan sampai terjadi kesetimbangan tertentu

4. Temperatur

Proses pertukaran ion pada suatu mineral dapat ditingkatkan dengan jalan menaikkan temperatur

5. Waktu kontak

Semakin lama waktu kontak pada saat pengocokan, maka semakin besar pula terjadinya proses pertukaran ion untuk mencapai keadaan kesetimbangan.

6. Kecepatan Difusi

Kecepatan difusi maksimum dapat terjadi apabila pengocokan dilakukan dengan waktu kontak yang cukup untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi

## 2.5 Metode Titration Asam Basa

Suatu reaksi kimia dapat digunakan titrasi apabila reaksinya berjalan dengan sempurna pada titik ekuivalen. Cara untuk menguji suatu reaksi kimia apakah dapat digunakan untuk titrasi adalah perlu dibuatkan suatu kurva titrasi. Biasanya untuk reaksi asam basa, suatu



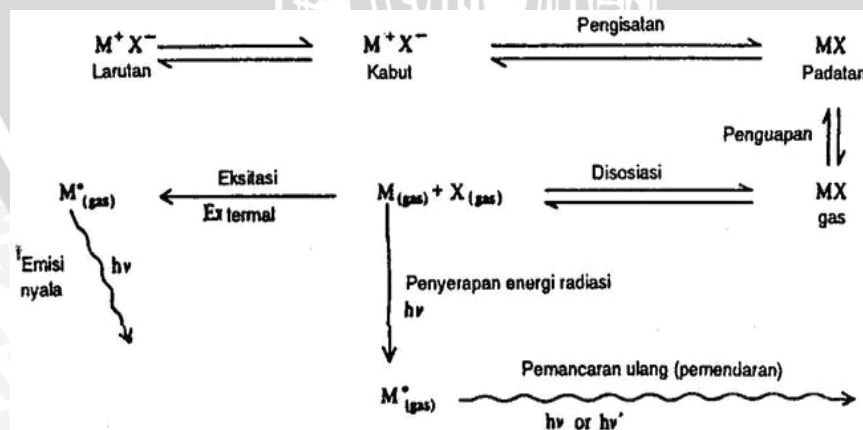
kurva titrasi terdiri dari plot pH atau pOH vs milliliter titran. Kurva tersebut berguna dalam menentukan kelayakan suatu titrasi dan cara untuk memilih indikator yang sesuai (Day dan Underwood, 2002).

Kesempurnaan reaksi berhubungan dengan kelayakan praktis dari titrasi. Derajat kesempurnaan reaksi menentukan ukuran dan ketajaman bagian vertical dari kurva titrasi. Makin besar tetapan kesetimbangan maka makin sempurna reaksi yang terjadi, makin besar perubahan pH di dekat titik ekuivalen dan makin mudah untuk menempatkan titik ekuivalen dengan presisi yang bagus (Day dan Underwood, 2002).

Pemilihan indikator harus sesuai dengan perubahan warna yang terjadi di sekitar titik ekuivalen dari titrasi. Untuk asam lemah, pH pada titik ekuivalen di atas 7 maka fenolptalein merupakan indikator yang lazim digunakan. Untuk basa lemah, yang memiliki pH di bawah 7, indikator yang sering digunakan adalah metil merah (4,2 sampai 6,2) atau metil oranye. Untuk asam dan basa kuat, indikator yang sesuai adalah metil merah, bromtimol biru, dan fenolptalein (Day dan Underwood, 2002).

## 2.6 Spektrofotometer Serapan Atom

Tahap penting dalam penentuan unsur secara spektrofotometer serapan atom adalah proses atomisasi. Keberhasilan dalam proses atomisasi berpengaruh terhadap keberhasilan analisis. Proses atomisasi berlangsung dengan memasukkan larutan sampel (garam) ke dalam nyala. (Willard, *et al*, 1988).



**Gambar 2.5 Mekanisme Serapan dan Pancaran Energi pada Spektrofotometri Serapan Atom**

Larutan sampel itu akan mengalami pengkabutan membentuk aerosol cair yang selanjutnya mengalami penguapan pelarut membentuk aerosol padat kemudian disusul dengan pembentukan 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 sesuai dengan panjang gelombang yang dipancarkan oleh lampu katoda yang bersangkutan, maka akan terjadi penyerapan energi radisasi yang menyebabkan atom akan mengalami transisi elektronik dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Metode spektrofotometri serapan atom atau yang biasanya disebut dengan metode SSA, untuk pengukuran absorbansi logam Mg digunakan pada panjang gelombang maksimum yaitu 285,2 nm. Logam Ca pada 422,7 nm, logam Na pada 589 nm, dan untuk logam K pada 766,5 nm (Willard, *et al.*, 1988).

## 2.7 Hipotesis

Berdasarkan teori yang telah diperoleh, maka dapat disusun hipotesis bahwa

1. Semakin kecil ukuran partikel maka nilai kapasitas tukar kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  dapat meningkat.
2. Semakin lama kalsinasi maka nilai kapasitas tukar kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  dapat meningkat.



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian tentang pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi terhadap kapasitas tukar kation (KTK) piropilit-H Nawangan Pacitan menggunakan ion  $Mg^{2+}$  dilakukan selama 3 bulan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang

#### **3.2 Bahan dan Alat Penelitian**

##### **3.2.1 Bahan Penelitian**

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mineral piropilit Desa Gondang Nawangan Pacitan, sedangkan bahan-bahan kimia semuanya berderajat pro analisis di antaranya : magnesium klorida hidrat, natrium hidroksida, asam klorida 37 % (b/v), indikator fenolptalein, indikator metil merah, asam oksalat hidrat, natrium karbonat, asam nitrat 65% (b/v), kecuali kertas saring Whatman No.41 dan akuades

##### **3.2.2 Alat Penelitian**

Alat-alat digunakan dalam penelitian ini meliputi alat penumbuk, seperangkat alat gelas, statif, botol semprot, ayakan 60 mesh (0,27 mm), 90 mesh (0,18 mm), 120 mesh (0,13 mm), 150 mesh (0,11 mm), 180 mesh (0,09 mm), dan ayakan 200 mesh (0,08 mm), pengocok elektrik (Edmund Buhler SM 25), pH-meter (Inolab), Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu (AA-6200), Oven (her Scientific 655F), timbangan analitis Mettler AE 50, pengaduk magnet, krus porselin, dan tungku (*furnace*).

#### **3.3 Tahap Penelitian**

Tahap kerja dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi sampel piropilit
2. Pembuatan Kurva Baku  $Mg^{2+}$
3. Aktivasi Piropilit dengan HCl 4M dan Kalsinasi Pada Suhu 600 °C selama 5 jam
4. Penentuan Ukuran Partikel Optimum Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) dengan Larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm
5. Kalsinasi Piropilit dengan Ukuran Partikel Optimum



6. Penentuan Lama Waktu Kalsinasi Optimum Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) Optimum dengan Larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm
7. Analisis Spektra Inframerah (Spektrofotometri IR) Mineral Piropilit pada ukuran optimum yang telah diaktifasi dengan HCl 4M dan proses kalsinasi selama waktu kalsinasi optimum
8. Analisis Data

### **3.4 Prosedur Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi Sampel Piropilit**

Mengacu pada prosedur preparasi Zeolit oleh Hayati (2002), mineral piropilit ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan yang berukuran 60 mesh (0,27 mm), padatan yang lolos kemudian diayak dengan ayakan 90 mesh (0,18 mm), padatan yang tertahan dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 105 °C sampai berat konstan. Dilakukan prosedur yang sama untuk mendapatkan piropilit dengan ukuran 120 mesh (0,18-0,13 mm), 150 mesh (0,13-0,11 mm), 180 mesh (0,11-0,09 mm), dan 200 mesh (0,09-0,08 mm).

#### **3.4.2 Pembuatan Kurva Baku**

##### **3.4.2.1 Pembuatan Kurva Baku $Mg^{2+}$**

Larutan baku  $Mg^{2+}$  300 ppm diencerkan sebanyak 33,3 mL menjadi 100 ppm dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan lagi sebanyak 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; dan 0,25 mL menjadi 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; dan 2,5 ppm dalam labu takar 10 mL. Serapan larutan diukur pada panjang gelombang maksimum Mg yaitu sebesar 285,2 nm menggunakan spektrofotometer serapan atom.

##### **3.4.3 Aktivasi Piropilit dengan HCl 4M dan Kalsinasi Pada Suhu 600 °C selama 5 jam (Mutrofin, dkk., 2006)**

Sampel piropilit dengan berat 1 gram berbagai ukuran yaitu 90 mesh (0,27-0,18) mm, (0,18-0,13) mm, 150 mesh (0,13-0,11) mm, 180 mesh (0,11-0,09)mm, dan 200 mesh (0,09-0,08)mm dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, direndam dengan 100 mL larutan HCl 4M, kemudian dikocok dengan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit, selanjutnya sampel disaring dan dicuci dengan akuades dan residu di oven pada suhu 105 °C sampai diperoleh berat konstan. Sampel kering yang didapatkan kemudian

dimasukkan kedalam krus porselin dan dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam.

#### 3.4.4 Penentuan Ukuran Partikel Optimum Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) dengan Larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm

Piropilit yang telah diaktivasi pada prosedur 3.4.3 dengan berat 0,2 gram dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan dengan 100 mL larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm kemudian larutan diukur pH-nya selanjutnya diaduk dengan pengaduk elektrik dengan kecepatan 200 rpm pada suhu kamar selama 120 menit. Campuran disaring dengan kertas sarinig Whatman 41, filtrat diukur pH-nya, kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 M dengan menggunakan indikator fenolptalein (pp). Jumlah NaOH yang bereaksi setara dengan ion  $H^+$  yang tertukar (masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali). Perhitungan kapasitas tukar kation digunakan persamaan sebagai berikut :

$$KTK = [VNaOH_{(2)} - VNaOH_{(1)}] \times N_{NaOH} \times A \times B \quad (3.1)$$

Di mana :

|               |                                                                                  |
|---------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| $VNaOH_{(1)}$ | = volume NaOH awal                                                               |
| $VNaOH_{(2)}$ | = volume NaOH akhir                                                              |
| N             | = normalitas NaOH                                                                |
| A             | = $\frac{\text{volume larutan yang dikontakkan}}{\text{volume yang dititrasi}}$  |
| B             | = $\frac{1 \text{ gram piropilit}}{\sum \text{gram piropilit yang dikontakkan}}$ |
| KTK           | = Kapasitas Tukar Kation                                                         |

Kandungan kation  $Mg^{2+}$  yang berada dalam filtrat diukur dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

#### 3.4.5 Pengaruh Lama Kalsinasi

Sampel piropilit-H dengan ukuran partikel optimum ditimbang dengan berat 1 gram dimasukkan ke dalam krus porselin kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C menggunakan tungku (*furnace*) dengan variasi lama kalsinasi selama 3; 4; 5; 6 dan 7 jam.



### 3.4.6 Penentuan Lama Waktu Kalsinasi Optimum Terhadap Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) dengan Larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm

Piropilit yang telah dikalsinasi dengan ukuran partikel optimum (hasil proses 3.4.5) dan berat 0,2 gram dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan dengan 100 mL larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm. Kemudian larutan diukur pH-nya selanjutnya diaduk dengan pengaduk elektrik dengan kecepatan 200 rpm pada suhu kamar selama 120 menit. Campuran disaring dengan kertas saring Whatman 41, filtrat diukur pH-nya, kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 M dengan menggunakan indikator fenolptalein (pp). Jumlah NaOH yang bereaksi setara dengan ion  $H^+$  yang tertukar (masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali). Perhitungan kapasitas tukar kation piropilit terhadap ion  $Mg^{2+}$  digunakan persamaan 3.1

Kandungan kation  $Mg^{2+}$  yang berada dalam filtrat diukur dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

### 3.4.7 Analisis Spektra Inframerah

Sebanyak 1 mg sampel piropilit dengan ukuran partikel optimum yang telah dikalsinasi selama waktu kalsinasi optimum dan tanpa kalsinasi dimasukkan dalam pelet KBr dengan perbandingan massa sampel dengan pellet KBr yaitu 1:10 dan selanjutnya sampel dianalisis spektra IR-nya

### 3.4.8 Analisis Data

Data yang telah diperoleh dalam penelitian ini selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan metode analisis ragam pola rancangan acak lengkap sederhana, dengan derajat  $\alpha = 1\%$ . Apabila terdapat perbedaan di antara perlakuan, diuji lebih lanjut dengan uji beda nyata terkecil.

**Tabel 3.4.8.1 Analisis Data**

| Perlakuan | Pengulangan |           |           | Total                       |
|-----------|-------------|-----------|-----------|-----------------------------|
| $X_0$     | $X_{0,1}$   | $X_{0,2}$ | $X_{0,3}$ | $\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_0$ |
| $X_1$     | $X_{1,1}$   | $X_{1,2}$ | $X_{1,3}$ | $\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_1$ |

---

|       |           |           |           |                             |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------------------------|
| $X_2$ | $X_{2,1}$ | $X_{2,2}$ | $X_{2,3}$ | $\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_2$ |
| $X_3$ | $X_{3,1}$ | $X_{3,2}$ | $X_{3,3}$ | $\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_3$ |
| $X_4$ | $X_{4,1}$ | $X_{4,2}$ | $X_{4,3}$ | $\sum_{j=1}^n Y_{ij} = Y_4$ |

---

Untuk uji ada tidaknya pengaruh ukuran partikel dan lama kalsinasi terhadap kapasitas tukar kation ion  $Mg^{2+}$  maka dilakukan uji F dengan cara sebagai berikut :

Menghitung faktor koreksi :

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

Menghitung jumlah kuadrat (JK) :

$$a. JK \text{ total} = \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij}^2 - FK \quad (3.2)$$

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

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

Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

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

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



Menghitung nilai F

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

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

**Tabel 3.4.8.2 Analisis sidik ragam satu arah**

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

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

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

$H_0$  = tidak ada pengaruh perlakuan

$H_1$  = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

$F_{\text{tabel}} = 5,99$

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

Menentukan BNT :

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

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

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi Sampel Piropilit

Tujuan preparasi sampel piropilit ini adalah untuk mendapatkan padatan piropilit dengan ukuran partikel yang divariasikan dalam penentuan nilai kapasitas tukar kation mineral piropilit. Padatan mineral piropilit ditumbuk kemudian serbuk piropilit diayak sampai diperoleh piropilit dengan variasi ukuran partikel antara (0,27-0,18), (0,18-0,13), (0,13-0,11), (0,11-0,09) dan (0,09-0,08) mm. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan serbuk piropilit dengan ukuran yang seragam sehingga tiap butiran piropilit mempunyai luas permukaan dan kemampuan yang sama dalam menyerap molekul yang nantinya akan dikontakkan. Selanjutnya serbuk piropilit dengan variasi ukuran tersebut dicuci dengan akuades sampai netral (nilai pH filtrat sama dengan nilai pH akuades yang digunakan untuk mencuci). Tujuan penetralan ini adalah untuk mempermudah pengaturan pH. Setelah itu serbuk piropilit dipanaskan pada oven dengan suhu 105°C yang bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang terkandung pada piropilit setelah dilakukan pencucian.

#### 4.2 Penentuan Ukuran Partikel Optimum terhadap nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm

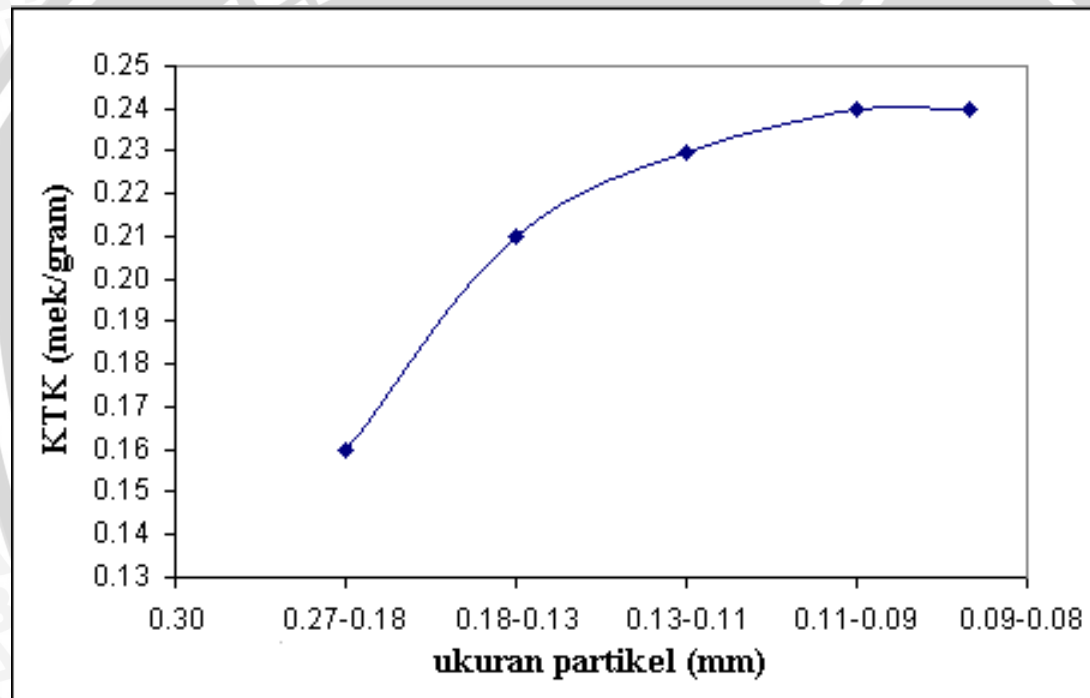
Untuk memperoleh ukuran partikel optimum mineral piropilit yang telah dikontakkan dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm dapat dilakukan dengan memvariasi ukuran partikel piropilit yang bertujuan untuk menghasilkan nilai KTK yang optimum Hasil penentuan ukuran partikel optimum mineral piropilit tersaji pada Tabel L.4.2 dan Gambar 4.2.1

Berdasarkan data pada Tabel L.4.2 tampak bahwa nilai kapasitas tukar kation mineral piropilit meningkat seiring dengan semakin kecilnya ukuran partikel piropilit yaitu dari 0,16±0,00 mek/gram (pada ukuran partikel (0,27-0,18) mm sampai 0,24±0,00 mek/gram (pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm yang telah terjadi kenaikan KTK sebesar 51,6%. Hal ini dapat diketahui dari meningkatnya jumlah volume NaOH yang digunakan untuk menitrasi filtrat yang setara dengan banyaknya ion  $H^+$  yang keluar dari mineral piropilit atau mengalami pertukaran kation dengan  $Mg^{2+}$ . Semakin banyak ion  $H^+$  yang keluar (berada didalam filtrat)



maka jumlah volume NaOH yang digunakan untuk proses titrasi juga banyak (jumlah NaOH yang bereaksi setara dengan ion  $H^+$  yang tertukar).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Fardiyah,dkk (2007), nilai KTK mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  yang diaktivasi dengan HCl 4M tanpa kalsinasi pada ukuran (0,13-0,11) mm adalah sebesar 0,16 mek/gram. Pada penelitian ini, nilai KTK dengan ukuran partikel (0,13-0,11) mm yang telah diaktivasi dengan HCl 4M dan kalsinasi pada temperatur 600 °C selama 5 jam yaitu sebesar  $0,24 \pm 0,00$  mek/gram yang berarti bahwa dengan ukuran partikel lebih kecil dengan perlakuan aktivasi yang sama baik secara kimia maupun fisika dapat meningkatkan nilai KTK piropilit



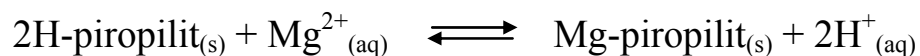
**Gambar 4.2.1 Grafik Hubungan antara Ukuran Partikel dengan Nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit terhadap ion  $Mg^{2+}$**

Menurut Gambar 4.2.1 nilai kapasitas tukar kation piropilit optimum terletak pada mineral piropilit dengan ukuran (0,27-0,18) mm. Hal ini dapat dijelaskan sebagai berikut : semakin kecil ukuran partikel dari suatu padatan, maka hal tersebut akan menyebabkan meningkatnya luas permukaan padatan sehingga banyak situs-situs aktif piropilit yang mampu untuk melakukan proses pertukaran kation secara lebih mudah, artinya bahwa ketika mineral piropilit

diaktivasi dengan larutan HCl 4M maka berakibat semakin banyak jumlah ion  $H^+$  yang masuk ke dalam piropilit dan terikat pada situs aktif piropilit. Setelah piropilit dikontakkan dengan larutan  $Mg^{2+}$  pada konsentrasi 300 ppm maka semakin banyak pula jumlah kation  $Mg^{2+}$  yang masuk ke dalam piropilit dan mengalami proses pertukaran kation dengan ion  $H^+$  yang berakibat pada nilai kapasitas tukar kation (KTK) juga meningkat.

Nilai kapasitas tukar kation yang sama pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm dan (0,09-0,08) mm mengindikasikan bahwa ukuran partikel yang lebih kecil dari ukuran (0,11-0,09) mm sudah tidak mempengaruhi terhadap peningkatan nilai kapasitas tukar kation (KTK). Hal ini dikarenakan pada mineral piropilit telah terjadi kesetimbangan tukar kation. Hal ini juga didukung oleh uji Beda Nyata Terkecil (uji BNT) antara nilai KTK pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm dan (0,09-0,08) mm yang hasilnya dapat diketahui bahwa nilai KTK kedua ukuran partikel tersebut tidak memberikan perbedaan nyata yang begitu signifikan.

Kesetimbangan yang terjadi pada pertukaran ion  $H^+$  dengan ion  $Mg^{2+}$  dapat digambarkan dalam persamaan berikut :



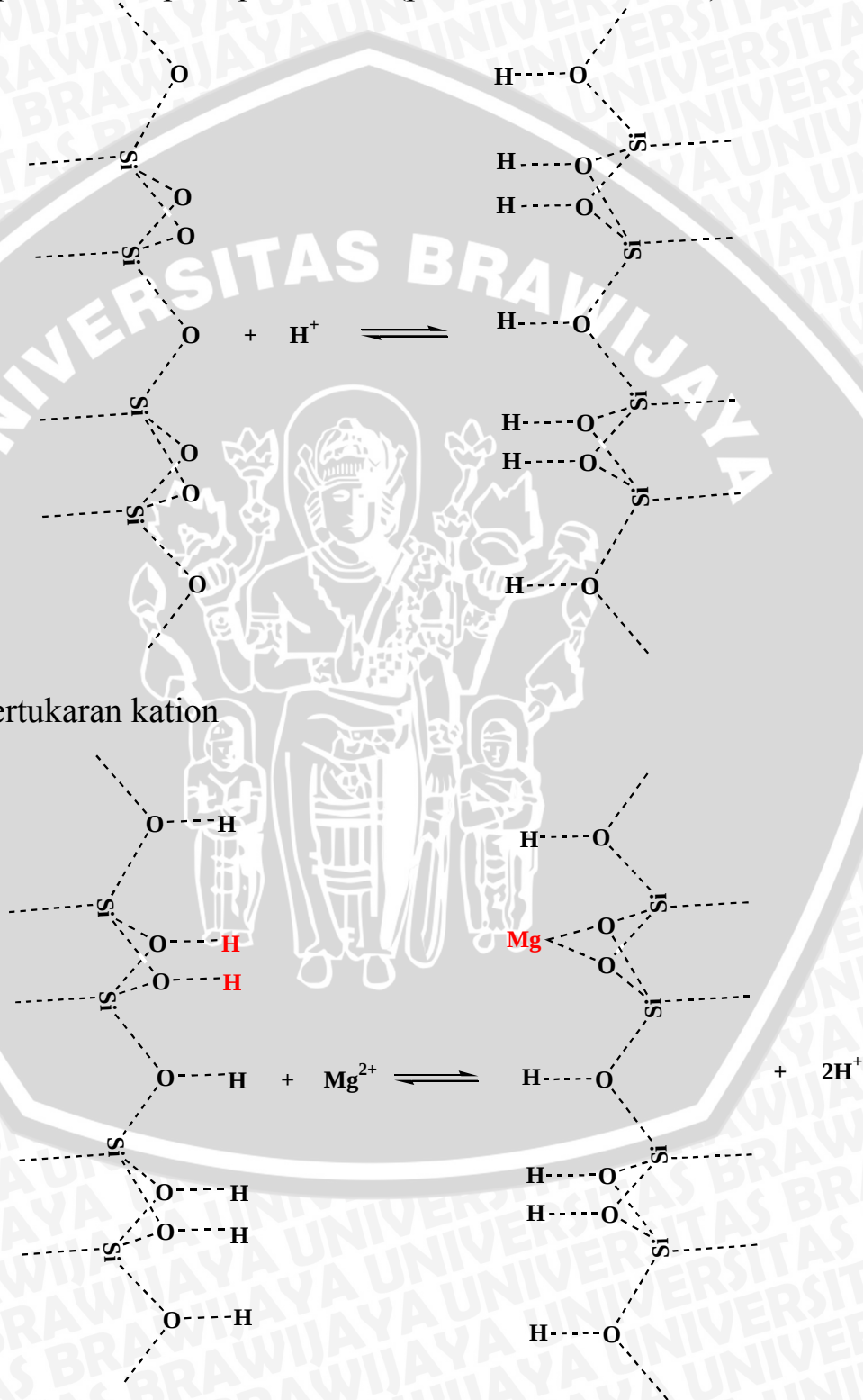
Pada dasarnya situs aktif pertukaran ion pada piropilit selain terdapat pada lapisan silika juga dapat ditemukan pada situs OH (hidroksida) yang terikat langsung oleh lapisan oktahedral. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.4 bahwa situs OH dapat melepaskan ion  $H^+$ -nya ketika dikontakkan dengan kation lain yang muatannya sama atau berbeda dengan ion  $H^+$ . Mekanisme ini dapat terjadi dikarenakan adanya pasangan elektron bebas pada atom oksigen. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Fardiyah,dkk (2007) bahwa ketika piropilit Nawangan tidak diaktivasi oleh asam terdapat nilai KTK terhadap ion  $Mg^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$  yaitu sebesar 0,07 meq/gram yang menunjukkan bahwa ada pertukaran ion  $H^+$  dengan ion  $Mg^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$  meskipun piropilit tersebut tidak diaktivasi



Adapun mekanisme pertukaran kation antara ion  $H^+$  dari situs aktif  $HO^+$  yang terdapat pada lapisan silika dengan ion  $Mg^{2+}$  dari larutan dapat digambarkan sebagai berikut :

1. Protonasi piropilit pada situs aktif (O) yang terdapat pada lapisan silika pada pH rendah (penambahan HCl 4M)

2. Pertukaran kation



Peningkatan nilai KTK piropilit-H juga didukung dengan data perubahan pH dari filtrat setelah terjadi proses pengontakkan piropilit hasil aktivasi dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm. Perubahan pH filtrat piropilit setelah dikontakkan dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm dapat dilihat pada Tabel 4.2.1

**Tabel 4.2.1 Perubahan pH filtrat piropilit setelah dikontakkan dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm**

| Ukuran Partikel<br>(mm) | pH awal | pH akhir |
|-------------------------|---------|----------|
| 0,27-0,18               | 6,16    | 6,11     |
| 0,18-0,13               | 6,16    | 6,06     |
| 0,13-0,11               | 6,16    | 6,02     |
| 0,11-0,09               | 6,16    | 5,98     |
| 0,09-0,08               | 6,16    | 6,00     |

Berdasarkan data pada Tabel 4.2.1 dapat diketahui bahwa mineral piropilit hasil aktivasi (piropilit-H) setelah dilakukan proses pengontakkan dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm, terjadi perubahan pH pada filtrat. Penurunan nilai pH pada filtrat (pH akhir) mengindikasikan bahwa telah terjadi mekanisme pertukaran kation antara ion  $H^+$  pada piropilit dengan kation  $Mg^{2+}$  yang dikontakkan.

Semakin kecil ukuran partikel piropilit, maka semakin besar luas permukaannya, dan meningkatkan jumlah situs-situs aktif piropilit yang dapat meningkatkan pula jumlah ion  $H^+$  yang tersedia untuk melakukan pertukaran dengan kation  $Mg^{2+}$ . Besarnya luas permukaan piropilit mengakibatkan semakin mudah ion  $H^+$  untuk keluar dari piropilit yang selanjutnya akan digantikan oleh kation  $Mg^{2+}$ . Adanya ion  $H^+$  yang keluar dari mineral piropilit dapat diketahui dari perubahan nilai pH akhir pada filtrat. Perubahan nilai pH akhir yang optimum terletak pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm, artinya bahwa proses pertukaran kation secara optimal terjadi pada ukuran (0,11-0,09) mm.

Menurut perhitungan pada Tabel L.4.4 terdapat hubungan antara perubahan nilai pH larutan dengan nilai KTK piropilit terhadap ion  $Mg^{2+}$  pada variasi ukuran partikel. Namun, nilai kapasitas pertukaran ion  $H^+$  kedalam larutan (artinya ion  $H^+$  yang lepas) tidak sama dengan nilai kapasitas tukar ion  $Mg^{2+}$  yang terserap oleh piropilit (data dapat dilihat pada Tabel L.4.4).

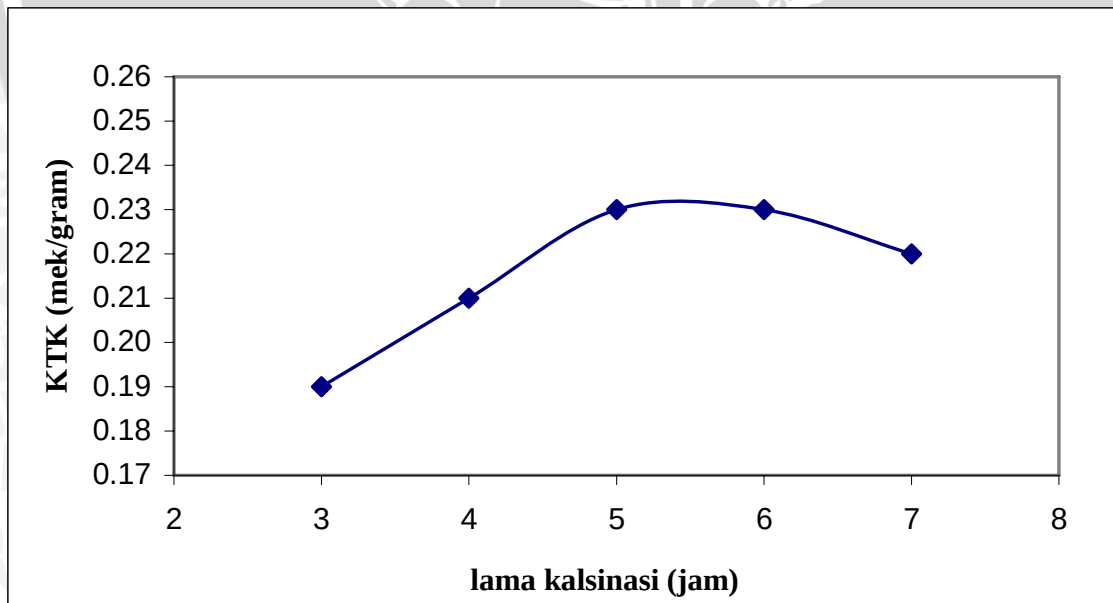


Hal tersebut bisa disebabkan oleh kemungkinan adanya proses adsorpsi yang lebih besar terhadap ion  $Mg^{2+}$  oleh mineral piropilit daripada proses pertukaran kationnya akibat jumlah pori-pori piropilit yang bertambah besar karena telah dilakukan aktivasi dengan HCl 4M dan kalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah didapatkan bahwa pada  $\alpha=1\%$ ,  $F_{hitung} > F_{tabel}$  berarti ada pengaruh ukuran partikel pada proses penentuann nilai kapasitas tukar kation (KTK) mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$ . Hal ini berarti bahwa pada setiap perbedaan perlakuan yang diberikan yaitu variasi ukuran partikel akan menyebabkan perbedaan nilai KTK piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  dengan kesalahan sebesar 1%.

#### 4.3 Penentuan Waktu Kalsinasi Optimum terhadap nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit dengan larutan $Mg^{2+}$ 300 ppm

Untuk mengetahui lama kalsinasi optimum, pada mineral piropilit yang telah diaktivasi dengan larutan HCl 4M dan dikalsinasi dengan memvariasi waktu kalsinasi piropilit pada 3,4,5,6, dan 7 jam. Hasil penentuan lama kalsinasi optimum mineral piropilit terdapat pada Tabel L.5.2 dan Gambar 4.3.1



**Gambar 4.3.1 Grafik Hubungan antara lama waktu kalsinasi dengan Nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit terhadap ion  $Mg^{2+}$**

Menurut Gambar 4.3.1 nilai kapasitas tukar kation piropilit optimum terletak pada waktu kalsinasi 5 jam. Hal ini dapat dijelaskan sebagai berikut : semakin lama waktu kalsinasi yang dilakukan pada mineral piropilit dengan ukuran partikel (0,11-0,09) mm, maka hal tersebut akan menyebabkan meningkatnya pori-pori dan luas permukaan spesifik piropilit akibat lepasnya molekul air hidrat, dan juga menguapnya pengotor dari molekul  $K_2O$  (yang mempunyai titik leleh  $350\text{ }^{\circ}C$ ) sehingga proses pertukaran kation terjadi secara lebih mudah.

Perhitungan data pada Tabel L.5.2 menunjukkan bahwa nilai kapasitas tukar kation mineral piropilit meningkat seiring dengan semakin lamanya proses kalsinasi yaitu dari  $0,19 \pm 0,006$  mek/ gram (pada waktu kalsinasi 3 jam) sampai  $0,23 \pm 0,00$  mek/gram (pada waktu kalsinasi 5 jam) dan terjadi peningkatan sebesar 17,6%. Hal ini dapat diketahui dari meningkatnya jumlah volume NaOH yang digunakan untuk menitrasi filtrat yang setara dengan banyaknya ion  $H^+$  yang keluar dari mineral piropilit atau mengalami pertukaran kation dengan  $Mg^{2+}$ . Semakin banyak ion  $H^+$  yang keluar (berada didalam filtrat) maka jumlah volume NaOH yang digunakan untuk proses titrasi juga banyak (jumlah NaOH yang bereaksi setara dengan ion  $H^+$  yang tertukar).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Pembahasan 4.2), nilai KTK mineral piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  yang diaktivasi dengan HCl 4M dan proses kalsinasi pada suhu  $600\text{ }^{\circ}C$  selama 5 jam pada ukuran 180 mesh adalah sebesar  $0,23 \pm 0,00$  mek/gram. Berdasarkan variasi lama kalsinasi, nilai KTK dengan lama waktu kalsinasi 5 jam yaitu sebesar  $0,23 \pm 0,00$  mek/gram yang berarti bahwa lama proses kalsinasi tidak meningkatkan nilai KTK piropilit pada ukuran partikel optimum yaitu 180 mesh.

Namun menurut perhitungan pada Tabel L.5.2 proses kalsinasi yang lebih lama dari kalsinasi selama 5 jam menyebabkan terjadinya penurunan terhadap nilai kapasitas tukar kation (KTK) mineral piropilit. Peristiwa ini dimungkinkan oleh terbentuknya molekul  $CO_2$  yang terperangkap dari udara dan masuk ke dalam kisi-kisi mineral piropilit sehingga hal tersebut mengakibatkan ion  $H^+$  sulit keluar dan akibatnya proses ini dapat menghambat pertukaran kation. Hal ini juga didukung dengan gambar spektra inframerah (Gambar L.9.1 dan Gambar L.9.2) untuk piropilit-H dengan kalsinasi pada suhu  $600\text{ }^{\circ}C$  selama 5 jam dan piropilit tanpa aktivasi.



Berdasarkan Tabel L.9.1 dapat ditunjukkan bahwa telah terjadi penurunan nilai absorbansi pada bilangan gelombang 3487,61  $\text{cm}^{-1}$  untuk gugus OH dari air kristal dibandingkan dengan piropilit tanpa kalsinasi. Hal ini menunjukkan bahwa dengan dilakukannya proses kalsinasi, maka ada sebagian molekul air kristal yang terlepas akibat pemanasan tersebut (terjadi proses dehidroksilasi pada mineral piropilit). Fenomena ini didukung dengan naiknya nilai absorbansi pada bilangan gelombang 2360,71  $\text{cm}^{-1}$  untuk gugus C=O pada  $\text{CO}_2$  (Wang, *et al*, 2003)

Meningkatnya nilai KTK sampai lama kalsinasi mencapai 5 jam juga didukung dengan data penurunan nilai pH pada filtrat (pH akhir) yang ditunjukkan dalam Tabel 4.3.2

**Tabel 4.3.2 Perubahan pH filtrat piropilit setelah dikontakkan dengan larutan  $\text{Mg}^{2+}$  300 ppm**

| Lama Waktu Kalsinasi (jam) | pH awal | pH akhir |
|----------------------------|---------|----------|
| 3                          | 6,19    | 6,13     |
| 4                          | 6,19    | 6,09     |
| 5                          | 6,19    | 5,99     |
| 6                          | 6,19    | 6,02     |
| 7                          | 6,19    | 6,05     |

Menurut Tabel 4.3.2 mengindikasikan bahwa telah terjadi mekanisme pertukaran kation antara ion  $\text{H}^+$  pada piropilit dengan kation  $\text{Mg}^{2+}$  yang telah dikontakkan. Mineral piropilit hasil aktivasi dengan larutan HCl 4M dan proses kalsinasi selama variasi lama waktu kalsinasi (piropilit-H) setelah dilakukan proses pengontakkan dengan larutan  $\text{Mg}^{2+}$  300 ppm, terjadi perubahan pH pada filtrat.

Menurut perhitungan pada Tabel L.5.5 terdapat hubungan antara perubahan nilai pH larutan dengan nilai KTK piropilit terhadap ion  $\text{Mg}^{2+}$  pada variasi ukuran partikel. Namun, nilai kapasitas pertukaran ion  $\text{H}^+$  kedalam larutan (artinya ion  $\text{H}^+$  yang lepas) tidak sama dengan nilai kapasitas tukar ion  $\text{Mg}^{2+}$  yang terserap oleh piropilit (data dapat dilihat pada Tabel L.5.5).

Hal tersebut bisa disebabkan oleh kemungkinan adanya proses adsorpsi yang lebih besar terhadap ion  $\text{Mg}^{2+}$  oleh mineral piropilit daripada proses pertukaran kationnya akibat jumlah pori-pori piropilit yang bertambah besar karena telah dilakukan aktivasi

dengan HCl 4M dan kalsinasi pada suhu 600 °C selama variasi lama kalsinasi 3,4,5,6 dan 7 jam.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah didapatkan bahwa pada  $\alpha=1\%$ ,  $F_{hitung} > F_{tabel}$  berarti ada pengaruh lama kalsinasi pada proses penentuan nilai kapasitas tukar kation (KTK) terhadap ion  $Mg^{2+}$ . Hal ini berarti bahwa pada setiap perbedaan perlakuan yang diberikan yaitu variasi lama kalsinasi akan menyebabkan perbedaan nilai KTK piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap ion  $Mg^{2+}$  dengan kesalahan sebesar 1%.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## BAB V KESIMPULAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa :

- Nilai kapasitas tukar kation (KTK) piropilit-H Nawangan Pacitan dapat meningkat dengan semakin kecilnya ukuran partikel piropilit dari (0,27-0,18) mm sebesar  $0,16 \pm 0,00$  mek/gram menjadi  $0,23 \pm 0,00$  mek/gram pada ukuran partikel (0,11-0,09) mm (terjadi kenaikan 51,6%).
- Nilai kapasitas tukar kation (KTK) piropilit-H Nawangan Pacitan dapat meningkat dengan semakin lamanya proses kalsinasi dari 3 jam sebesar  $0,19 \pm 0,01$  mek/gram menjadi  $0,23 \pm 0,00$  mek/gram pada lama kalsinasi 5 jam (terjadi kenaikan 17,6%).

### 5.2 Saran

Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penentuan nilai kapasitas tukar kation mineral piropilit alam Nawangan Pacitan dalam aplikasinya sebagai adsorben mengingat nilai KTK piropilit yang rendah.

## DAFTAR PUSTAKA

Alaerts, G., 1987, Metode Penelitian Air, Penerbit Usaha Nasional, Surabaya, hal : 72-73

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

Anonim, 2007, Potensi Tambang Kecamatan Nawangan, Kabupaten Pacitan, <http://www.pacitan.go.id> diakses 10 April 2007

Anwar, M. dan Komar, P. A., 1985, Prospek Pemanfaatan Zeolit asal Nanggung Untuk Penyerap Anion Nitrat dan Nitrit, Pusat Pengembangan Teknologi Mineral (PPTM) dan Universitas Padjajaran, Bandung, hal : 22

Atastina S.B, Praswasti P.D.K. Wulan , dan Syarifudini, 1997, Penghilangan Kesadahan Air Yang Mengandung Ion  $\text{Ca}^{2+}$  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

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, pp. 742-748

Chi Ma and Eggleton, R.A., 1999, Cation Exchange Capacity of Kaolinite, *Journal Clays and Clay Minerals* Vol. 47, No. 2, pp. 174-180, Department of Geology, Australian National University, Australia



Day, R.A. dan A.L. Underwood, 2002, Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi Kelima, Alih Bahasa : Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng., Erlangga, Jakarta, hal : 141-144

Deer, W.A., Hawie, R.A., and Zussman, J., 1992, An Introduction To The Rock-forming Minerals, Second Edition., 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

Fardiyah, Q., Mutrofin, S., Atikah, 2007, Penentuan Kapasitas Tukar Kation Piropilit Alam Nawangan Pacitan Terhadap Ion  $Mg^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$ , Laporan Penelitian DPP/SPP Tahun 2007, Universitas Brawijaya, Malang

Fyre, K., 1991, The Encyclopedia of Mineralogy : IVB, Hutchinson Ross Publishinig Company, United State of America, pp. 430

Grant, J., 1972, Hackh's Chemical Dictionary, Fourth Edition, Mc Graw-Hill, Inc., United State of America

Grim, R.E., 1968, Clay Mineralogy, McGraw-Hill Companies, New York, pp. 596

Hayati, E. K., 2002, Pengaruh Jenis Senyawa Fosfat Terhadap Fosfatasi Zeolit Alam Turen, Skripsi, Kimia-FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang

Hilyati dan Bambang, W., 1991, Adsorpsi Zat Warna Tekstil Pada Zeolit Alam Dari Bayah, Buletin JKTI Puslitbang Kimia Terapan, Vol. 1, No. 2, Bandung, hal. 65-70

Huheey, 1983, Inorganic Chemistry, Third edition, Harper and Row Publishers, Inc., New York, pp. 38-47

Jenie, B. S., 1988, Sanitasi Dalam Inidustri Pangan, Lembaga Sumber Daya Iniformasi, IPB, Bogor, hal. 64

Kelley, W.P. and Jenny, H., 1936, The Relation of Crystal Structure to Base-Exchange and its bearing on base-exchange in soils, *Soils Science*, pp. 41, 367-382

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

Keren, R. and Sparks, D. L., 1995, The Role of Edge Surfaces in Flocculation of 2:1 Clay Minerals, *Soil. Science Soc. Am. J.*, 59 : 430-435

Manahan, S. E., 1994, Environmental Chemistry, Sixth Edition, Conggres Card Number Press, Inc., Florida, pp. 235-238

Mutrofin, S., Kamulyan, B., dan Ponco, Y., 2006, Aktivasi Mineral Piropilit Alam Sumbermanjing Malang Selatan Dalam Upaya Meningkatkan Prospeknya Sebagai Adsorben Ion, Laporan Penelitian DPP/SPP, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

Mutrofin, S., 2007, Penentuan Nilai Kapasitas Tukar Kation Piropilit Alam Sumbermanjing Malang Selatan yang Teraktivasi HCl dan NaOH terhadap ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Cl}^-$ , Laporan Dana Penelitian PHK-A2 Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya Malang

Nindya, F., 2005, Karakterisasi Piropilit Alam Nawangan Pacitan Jawa Timur, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

Poerwadio, A.D. dan Masduqi, A., 1994, Penurunan Kadar Besi oleh Media Zeolit Alam Ponorogo secara Kontinyu, *Jurnal Purifikasi*, Vol.5, No.4, hal. 169-174



Powell, D., 1998, Pyrophyllite, <http://www.mii.org/minerals/phototalc.html>, diakses 4 Agustus 2005

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

Sax, N. I. And Lewis, R. J., 1987, Hawleys Condensed Chemical Dictionary, Eleventh Edition, Van Nostrand Reinhold Co., New York, pp. 254-256

Soemirat, J. 1992, Kesehatan Lingkungan, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, hal. 108-121

Syahputra, B. 2007, *Softening* (Pelunakan) pada Air Sadah, Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik Universitas Islam Sultan Agung, Semarang

Suyartono, Husaini, 1991, Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia yang Dilakukan PPTM Pada Periode 1980–1991, Buletin PPTM Vol. 13, No. 4, Bandung, hal. 1-13

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

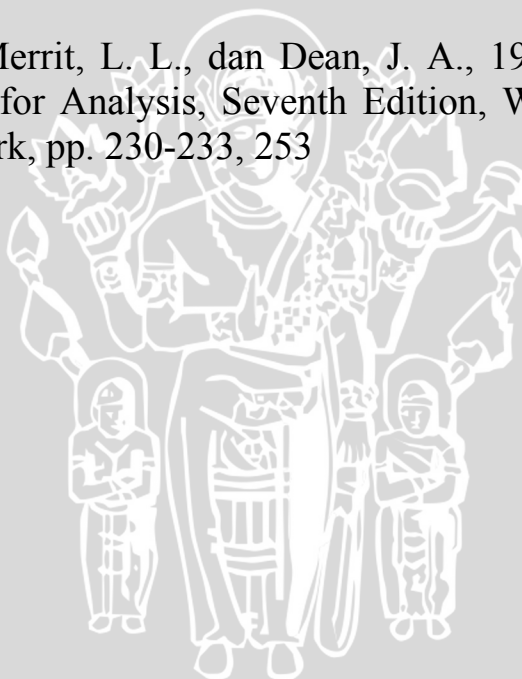
Vogel, A.I., 1961, A Text-Book of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis, Third Edition, Longman Group Limited, London

Vogel, 1994, Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi Kelima, Alih Bahasa: L. Setiono dan A. H. Pudjaatmaka, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, hal. 72-91, 89-102, 300, 303-304

Wang, L., Zhang, M., Redfern, S.A.T., 2003, Infrared Study of CO<sub>2</sub> Incorporation Into Pyrophyllite [Al<sub>2</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>] During Dehydroxylation, *Journal of The Clay Minerals Society*, Vol. 51, No. 4, pp. 439-444

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

Williard, H. H., Merrit, L. L., dan Dean, J. A., 1988, Instrumental Method for Analysis, Seventh Edition, Wardsworth Inc., New York, pp. 230-233, 253





## Lampiran 1. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

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

#### L.1.1.1 Membuat Larutan Mg(II) 300 ppm sebanyak 1000 mL

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

$$\begin{aligned} W_{\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \left[ \frac{M_r \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{A_r \text{Mg}} \times \frac{300 \text{ mg}}{L} \times 1 \text{ L} \right] \\ &= \frac{203,3 \text{ g/mol}}{24,31 \text{ g/mol}} \times 300 \text{ mg} \\ &= 2507,73 \text{ mg} = 2,5077 \text{ g} \end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 2,5077 gram  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian diencerkan dengan akuades pada labu ukur 1000 mL sampai tanda batas

#### L.1.1.2 Membuat Larutan Mg(II) 100 ppm sebanyak 100 mL

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

#### L.1.1.3 Membuat Larutan Ca(II) 100 ppm sebanyak 100 mL

Untuk membuat larutan stok Ca 100 ppm sebanyak 100 mL maka :

$$\begin{aligned} W_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} &= \frac{M_r \text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{A_r \text{Ca}} \times \frac{100 \text{ mg}}{L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= \frac{146,98 \text{ g/mol}}{40,08 \text{ g/mol}} \times 10 \text{ mg} \\ &= 36,6716 \text{ mg} = 0,0367 \text{ g} \end{aligned}$$

Ditimbang sebanyak 0,0367 gram  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian diencerkan dengan akuades pada labu ukur 100 mL sampai tanda batas

### L.1.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan HCl 4M

BJ HCl pekat = 1,19 g/mL

Kadar HCl pekat = 37 %

BM HCl pekat = 36,458 g/mol

maka, konsentrasi HCl pekat adalah

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

Pengenceran :  $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$   
 $V_1 \times 12,0769 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 4 \text{ M}$   
 $V_1 = 4000 \text{ mL} / 12,0769$   
 $V_1 = 331,2 \text{ mL}$

Dipipet 331,2 mL HCL 37% (b/v), dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang sudah diisi akuades seperempat bagian kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas

### L.1.3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan NaOH 0,1N sebanyak 50 mL

BE NaOH = 40 gram/ekiv

Perhitungan :

$\text{Mol NaOH} = N_{\text{NaOH}} \times \text{volume}$

$$\frac{\text{massa NaOH}}{\text{BE NaOH}} = N_{\text{NaOH}} \times \text{volume}$$

$\text{massa NaOH} = N_{\text{NaOH}} \times \text{volume} \times \text{BE NaOH}$

$\text{massa NaOH} = 0,1 \text{ ekiv/L} \times 0,005 \text{ L} \times 40 \text{ gram/ekiv}$

$\text{massa NaOH} = 0,2 \text{ gram}$

Ditimbang sebanyak 0,2 gram NaOH dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian diencerkan dengan akuades pada labu ukur 50 mL sampai tanda batas



## Lampiran 2. Standarisasi Larutan

### L.2.1 Standarisasi Larutan NaOH

Ditimbang 0,64 gram  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades. Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Dimasukkan dalam buret.

Diambil 15 mL larutan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , ditambah dengan 100 mL akuades ditambah 1-2 tetes indikator fenolptalein (pp) dan dititrasi dengan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna.

Tabel L.2.1 Penentuan konsentrasi NaOH

| No.       | Vasam oksalat<br>(mL) | [asam oksalat]<br>(N) | VNaOH<br>(mL) | [NaOH]<br>(N) |
|-----------|-----------------------|-----------------------|---------------|---------------|
| 1.        | 5                     | 0,05                  | 5,12          | 0,0988        |
| 2.        | 5                     | 0,05                  | 5,12          | 0,0988        |
| Rata-rata |                       |                       |               | 0,0988        |

Reaksi :



$$\begin{aligned} \text{mek H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} &= [\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] \times V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \\ &= 0,05 \text{ mek/mL} \times 5 \text{ mL} \\ &= 0,25 \text{ mek} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mek NaOH} &= 2 \times \text{mek H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \\ &= 2 \times 0,25 \text{ mek} \\ &= 0,5 \text{ mek} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} [\text{NaOH}] &= \text{mek NaOH} / V_{\text{NaOH}} \\ &= 0,5 \text{ mek} / 5,12 \text{ mL} \\ &= 0,0988 \text{ N} \end{aligned}$$

### L.2.2 Standarisasi Larutan HCl

Ditimbang 21,2062 gram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades. Dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Diambil 10 mL larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan pipet volum, ditambah 100 mL akuades dan ditambah 2-3 tetes indikator metil jingga dan dititrasi dengan larutan HCl hingga terjadi perubahan warna.

Tabel L.2.2 Penentuan konsentrasi HCl

| No.       | VNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (mL) | [Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ] (M) | V <sub>HCl</sub> (mL) | [HCl] (M) |
|-----------|---------------------------------------|----------------------------------------|-----------------------|-----------|
| 1.        | 10                                    | 0,5                                    | 9,95                  | 4,02      |
| 2.        | 10                                    | 0,5                                    | 9,95                  | 4,02      |
| Rata-rata |                                       |                                        |                       | 4,02      |

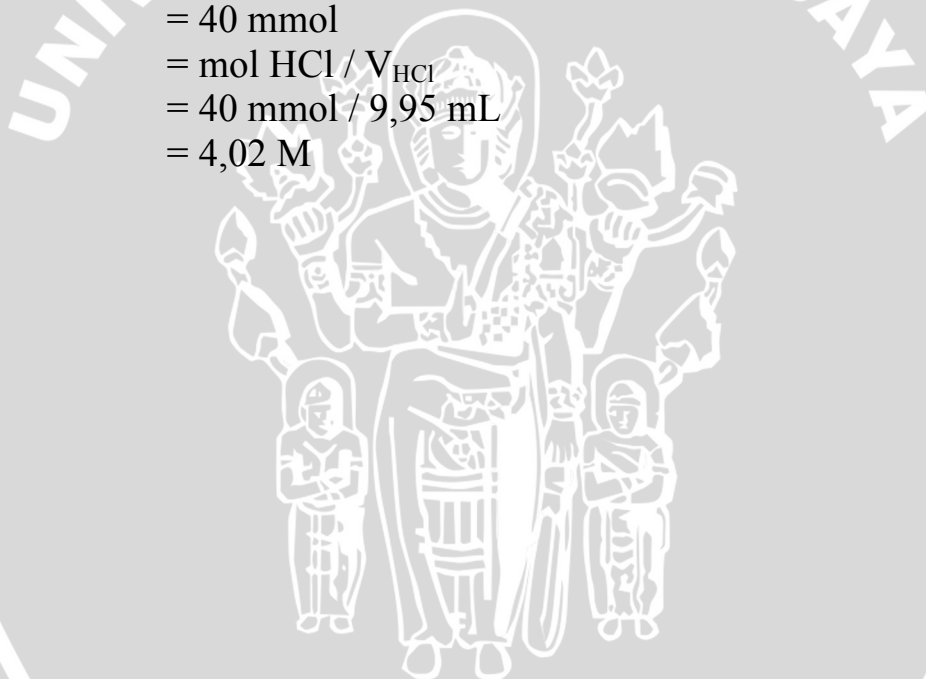
Reaksi :



$$\begin{aligned}\text{Mol Na}_2\text{CO}_3 &= [\text{Na}_2\text{CO}_3] \times \text{VNa}_2\text{CO}_3 \\ &= 2 \text{ mmol/mL} \times 10 \text{ mL} \\ &= 20 \text{ mmol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol HCl} &= 2 \times \text{mol Na}_2\text{CO}_3 \\ &= 2 \times 20 \text{ mmol} \\ &= 40 \text{ mmol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}[\text{HCl}] &= \text{mol HCl} / \text{V}_{\text{HCl}} \\ &= 40 \text{ mmol} / 9,95 \text{ mL} \\ &= 4,02 \text{ M}\end{aligned}$$





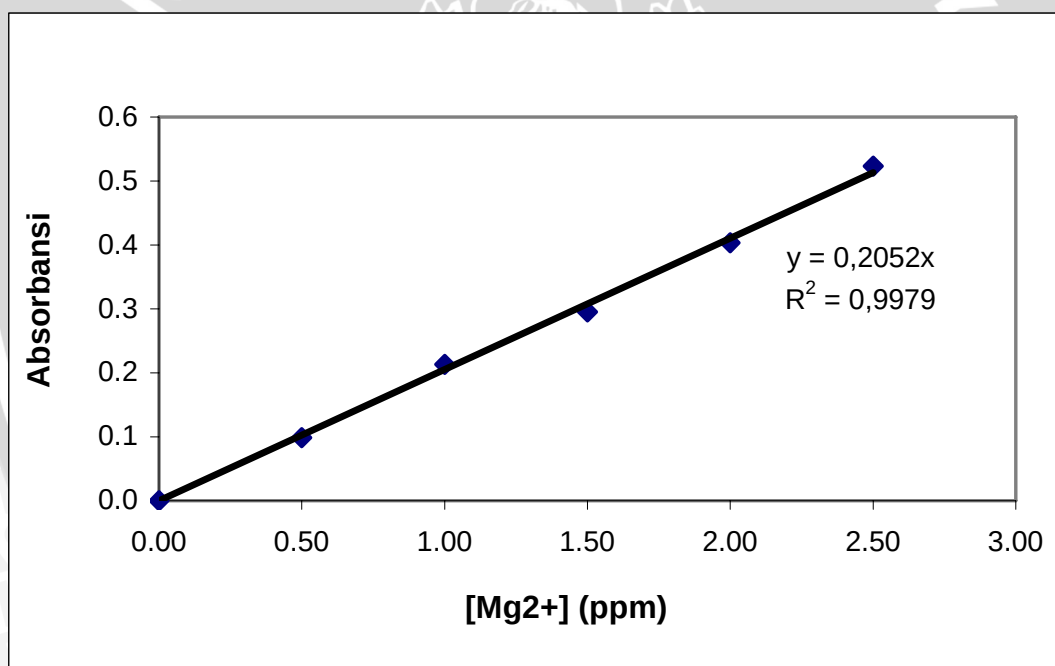
### Lampiran 3. Pembuatan Kurva Baku

#### L.3.1 Penentuan Regresi Linier Larutan Standar Mg

Tabel L.3.1 Hasil pengamatan serapan dari berbagai konsentrasi Mg

| [Mg] ppm (X) | Absorbansi (Y) |
|--------------|----------------|
| 0,00         | 0              |
| 0,50         | 0,0990         |
| 1,00         | 0,2134         |
| 1,50         | 0,2953         |
| 2,00         | 0,4035         |
| 2,50         | 0,5236         |

Persamaan Kurva Standar :  $y = 0,2052x$  ;  $R^2 = 0,9979$



Gambar L.3.1 Kurva Baku Mg<sup>2+</sup> pada panjang gelombang maksimum 285,2 nm

#### Lampiran 4. Penentuan Ukuran Partikel Optimum Piropilit

Tabel L.4.1 Volume NaOH untuk titrasi filtrat piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm

| Ukuran partikel (mm) | Volume filtrat (mL) | Volume NaOH (mL) |      |      |
|----------------------|---------------------|------------------|------|------|
|                      |                     | (1)              | (2)  | (3)  |
| 0,27-0,18            | 100                 | 0,32             | 0,31 | 0,32 |
| 0,18-0,13            | 100                 | 0,42             | 0,42 | 0,41 |
| 0,13-0,11            | 100                 | 0,46             | 0,46 | 0,47 |
| 0,11-0,09            | 100                 | 0,48             | 0,48 | 0,48 |
| 0,09-0,08            | 100                 | 0,48             | 0,48 | 0,48 |

Tabel L.4.2 Hasil penentuan kapasitas tukar kation piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm

| Ukuran partikel (mm) | KTK (mek/gram) |      |      | KTK rata-rata (mek/gram) |
|----------------------|----------------|------|------|--------------------------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  |                          |
| 0,27-0,18            | 0,16           | 0,15 | 0,16 | 0,16 $\pm$ 0,00          |
| 0,18-0,13            | 0,21           | 0,21 | 0,20 | 0,21 $\pm$ 0,00          |
| 0,13-0,11            | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,23 $\pm$ 0,00          |
| 0,11-0,09            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,24 $\pm$ 0,00          |
| 0,09-0,08            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,24 $\pm$ 0,00          |

$$\begin{aligned}
 \text{KTK} &= V_{\text{NaOH}} \times [\text{NaOH}] \times A \times B, \\
 &= 0,32 \text{ mL} \times 0,0988 \text{ N} \times \frac{100 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{0,2 \text{ g}} \\
 &= 0,32 \text{ mL} \times 0,0988 \text{ N} \times 1 \times 5 \\
 &= 0,16 \text{ mek/gram}
 \end{aligned}$$

Tabel L.4.3 Data absorbansi larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm setelah dikontakkan dengan piropilit dengan variasi ukuran partikel

| Ukuran partikel (mm) | Absorbansi (A) |       |       | $[Mg^{2+}]$ awal (ppm) | $[Mg^{2+}]$ dalam filtrat (ppm) |         |         | $[Mg^{2+}]$ terserap (ppm) |         |         | $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (ppm) |
|----------------------|----------------|-------|-------|------------------------|---------------------------------|---------|---------|----------------------------|---------|---------|--------------------------------------|
|                      | (1)            | (2)   | (3)   |                        | (1)                             | (2)     | (3)     | (1)                        | (2)     | (3)     |                                      |
| 0,27-0,18            | 0,512          | 0,514 | 0,513 | 300                    | 249,513                         | 250,487 | 250,000 | 50,487                     | 49,513  | 50,000  | 50,000                               |
| 0,18-0,13            | 0,482          | 0,483 | 0,484 | 300                    | 234,893                         | 235,380 | 235,867 | 65,107                     | 64,620  | 64,133  | 64,620                               |
| 0,13-0,11            | 0,393          | 0,395 | 0,394 | 300                    | 191,520                         | 192,495 | 192,008 | 108,480                    | 107,505 | 107,992 | 107,992                              |
| 0,11-0,09            | 0,321          | 0,325 | 0,324 | 300                    | 156,433                         | 158,382 | 157,895 | 143,567                    | 141,618 | 142,105 | 142,430                              |
| 0,09-0,08            | 0,408          | 0,410 | 0,411 | 300                    | 198,830                         | 199,805 | 200,292 | 101,170                    | 100,195 | 99,708  | 100,357                              |

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

$$\begin{aligned}
 Cs &= \frac{A}{a} \times \text{faktor pengenceran} \\
 &= \frac{0,512}{0,2052} \times \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \\
 &= 249,513 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Perhitungan  $[Mg^{2+}]$  yang terserap :

$$\begin{aligned}
 [Mg^{2+}] \text{ terserap} &= 300 \text{ ppm} - 249,513 \text{ ppm} \\
 &= 50,487 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

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



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Tabel L.4.4 Perhitungan  $[Mg^{2+}]$  yang terserap rata-rata dalam ppm menjadi mek/g

| $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (ppm) | $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (mek/gram) |
|--------------------------------------|-------------------------------------------|
| 50,000                               | 2,0568                                    |
| 64,620                               | 2,6571                                    |
| 107,992                              | 4,4405                                    |
| 142,430                              | 5,8565                                    |
| 100,357                              | 4,1265                                    |

Dari  $[Mg^{2+}]$  terserap rata-rata dalam ppm diubah menjadi mek/g dengan menggunakan persamaan :

$$\begin{aligned}
 \text{mek/gram} &= \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times [Mg^{2+}] \text{ terserap} \times 1 \text{ L} \\
 &= \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \\
 &= 5 \text{ mg} \\
 &= \frac{5 \text{ mg}}{24,31 \text{ mg/2 mek}} \times \frac{1 \text{ gram}}{0,2 \text{ gram}} \\
 &= 2,0568 \text{ mek/gram}
 \end{aligned}$$

Dihitung dengan cara yang sama untuk  $[Mg^{2+}]$  terserap pada ukuran partikel lainnya..

Tabel L.4.5 Perbandingan antara nilai KTK  $H^+$  dengan KTK  $Mg^{2+}$

| KTK $H^+$ (mek/gram) | KTK $Mg^{2+}$ (mek/gram) |
|----------------------|--------------------------|
| 0,16 $\pm$ 0,00      | 2,0568                   |
| 0,21 $\pm$ 0,00      | 2,6571                   |
| 0,23 $\pm$ 0,00      | 4,4405                   |
| 0,24 $\pm$ 0,00      | 5,8565                   |
| 0,24 $\pm$ 0,00      | 4,1265                   |

## Lampiran 5. Penentuan Lama Waktu Kalsinasi Optimum Piropilit

Tabel L.5.1 Volume NaOH untuk titrasi filtrat piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm

| Lama Waktu Kalsinasi | Volume filtrat (mL) | Volume NaOH (mL) |      |      |
|----------------------|---------------------|------------------|------|------|
|                      |                     | (1)              | (2)  | (3)  |
| 3                    | 100                 | 0,39             | 0,41 | 0,39 |
| 4                    | 100                 | 0,42             | 0,42 | 0,45 |
| 5                    | 100                 | 0,46             | 0,47 | 0,47 |
| 6                    | 100                 | 0,46             | 0,46 | 0,47 |
| 7                    | 100                 | 0,45             | 0,46 | 0,45 |

Tabel L.5.2 Hasil penentuan kapasitas tukar kation piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm

| Lama Waktu Kalsinasi | KTK (mek/gram) |      |      | KTK rata-rata (mek/gram) |
|----------------------|----------------|------|------|--------------------------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  |                          |
| 3                    | 0,19           | 0,20 | 0,19 | 0,19 $\pm$ 0,01          |
| 4                    | 0,21           | 0,21 | 0,22 | 0,22 $\pm$ 0,01          |
| 5                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,23 $\pm$ 0,00          |
| 6                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,23 $\pm$ 0,00          |
| 7                    | 0,22           | 0,23 | 0,22 | 0,22 $\pm$ 0,00          |

$$\begin{aligned}
 \text{KTK} &= V_{\text{NaOH}} \times [NaOH] \times A \times B \\
 &= 0,39 \text{ mL} \times 0,0986 \text{ N} \times \frac{100 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{0,2 \text{ g}} \\
 &= 0,39 \text{ mL} \times 0,0986 \text{ N} \times 1 \times 5 \\
 &= 0,19 \text{ mek/gram}
 \end{aligned}$$



Tabel L.5.3 Data absorbansi larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm setelah dikontakkan dengan piropilit dengan variasi lama kalsinasi

| Lama Waktu Kalsinasi | Absorbansi (A) |       |       | $[Mg^{2+}]$ awal (ppm) | $[Mg^{2+}]$ dalam filtrat (ppm) |         |         | $[Mg^{2+}]$ terserap (ppm) |         |         | $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (ppm) |
|----------------------|----------------|-------|-------|------------------------|---------------------------------|---------|---------|----------------------------|---------|---------|--------------------------------------|
|                      | (1)            | (2)   | (3)   |                        | (1)                             | (2)     | (3)     | (1)                        | (2)     | (3)     |                                      |
| 3                    | 0,507          | 0,509 | 0,510 | 300                    | 247,076                         | 248,051 | 248,538 | 52,924                     | 51,949  | 51,462  | 52,112                               |
| 4                    | 0,465          | 0,468 | 0,466 | 300                    | 226,608                         | 228,070 | 227,096 | 73,392                     | 71,930  | 72,904  | 72,742                               |
| 5                    | 0,385          | 0,390 | 0,391 | 300                    | 187,622                         | 190,058 | 190,546 | 112,378                    | 109,942 | 109,454 | 110,591                              |
| 6                    | 0,412          | 0,415 | 0,420 | 300                    | 200,780                         | 202,242 | 204,678 | 99,220                     | 97,758  | 95,322  | 97,433                               |
| 7                    | 0,425          | 0,427 | 0,428 | 300                    | 207,115                         | 208,090 | 208,577 | 92,885                     | 91,910  | 91,423  | 92,073                               |

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

$$\begin{aligned}
 Cs &= \frac{A}{a} \times \text{faktor pengenceran} \\
 &= \frac{0,507}{0,2052} \times \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \\
 &= 247,076 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Perhitungan  $[Mg^{2+}]$  yang terserap :

$$\begin{aligned}
 [Mg^{2+}] \text{ terserap} &= 300 \text{ ppm} - 247,076 \text{ ppm} \\
 &= 52,924 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

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

Table L.5.4 Perhitungan  $[Mg^{2+}]$  yang terserap rata-rata dalam ppm menjadi mek/g

| $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (ppm) | $[Mg^{2+}]$ terserap rata-rata (mek/gram) |
|--------------------------------------|-------------------------------------------|
| 52,112                               | 2,1428                                    |
| 72,742                               | 2,9911                                    |
| 110,591                              | 4,5473                                    |
| 97,433                               | 4,0063                                    |
| 92,073                               | 3,7859                                    |

Dari  $[Mg^{2+}]$  terserap rata-rata dalam ppm diubah menjadi mek/g dengan menggunakan persamaan :

$$\begin{aligned}
 \text{mek/gram} &= \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times [Mg^{2+}] \text{ terserap} \times 1 \text{ L} \\
 &= \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 52,112 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L} \\
 &= 0,52112 \text{ mg} \\
 &= \frac{0,52112 \text{ mg}}{24,31 \text{ mg/2 mek}} \times \frac{1 \text{ gram}}{0,2 \text{ gram}} \\
 &= 2,1428 \text{ mek/gram}
 \end{aligned}$$

Dihitung dengan cara yang sama untuk  $[Mg^{2+}]$  terserap pada ukuran partikel lainnya.

Tabel L.5.5 Perbandingan antara nilai KTK  $H^+$  dengan KTK  $Mg^{2+}$

| KTK $H^+$ (mek/gram) | KTK $Mg^{2+}$ (mek/gram) |
|----------------------|--------------------------|
| 0,19 $\pm$ 0,006     | 2,1428                   |
| 0,22 $\pm$ 0,006     | 2,9911                   |
| 0,23 $\pm$ 0,00      | 4,5473                   |
| 0,23 $\pm$ 0,00      | 4,0063                   |
| 0,22 $\pm$ 0,00      | 3,7859                   |

## Lampiran 6. Uji Statistik Penentuan Ukuran Partikel Optimum pada Nilai KTK Piropilit terhadap ion $Mg^{2+}$

Tabel L.6.1 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Ukuran partikel (mm) | KTK (mek/gram) |      |      | Total | KTK rata-rata |
|----------------------|----------------|------|------|-------|---------------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  |       |               |
| 0,27-0,18            | 0,16           | 0,15 | 0,16 | 0,47  | 0,16          |
| 0,18-0,13            | 0,21           | 0,21 | 0,20 | 0,62  | 0,21          |
| 0,13-0,11            | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,69  | 0,23          |
| 0,11-0,09            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,71  | 0,24          |
| 0,09-0,08            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,71  | 0,24          |
| Total                | 1,07           | 1,06 | 1,07 | 3,20  | 1,08          |

$$FK = \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{(3,2)^2}{15} = 0,68104$$

Tabel L.6.2 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Ukuran partikel (mm) | KTK (mek/gram) |      |      | KTK <sup>2</sup> |        |        |
|----------------------|----------------|------|------|------------------|--------|--------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  | (1)              | (2)    | (3)    |
| 0,27-0,18            | 0,16           | 0,15 | 0,16 | 0,0250           | 0,0235 | 0,0250 |
| 0,18-0,13            | 0,21           | 0,21 | 0,20 | 0,0430           | 0,0430 | 0,0410 |
| 0,13-0,11            | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,0516           | 0,0516 | 0,0539 |
| 0,11-0,09            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,0562           | 0,0562 | 0,0562 |
| 0,09-0,08            | 0,24           | 0,24 | 0,24 | 0,0562           | 0,0562 | 0,0562 |
| Total                | 1,07           | 1,06 | 1,07 | 0,2321           | 0,2306 | 0,2324 |

$$\begin{aligned}
 JK \text{ total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - FK \\
 &= 0,69509 - 0,68104 \\
 &= 0,01405
 \end{aligned}$$



Tabel L.6.3 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi ukuran partikel setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Ukuran partikel (mm) | KTK (mek/100gram) |      |      | Total | Total <sup>2</sup> |
|----------------------|-------------------|------|------|-------|--------------------|
|                      | (1)               | (2)  | (3)  |       |                    |
| 0,27-0,18            | 0,16              | 0,15 | 0,16 | 0,47  | 0,220242           |
| 0,18-0,13            | 0,21              | 0,21 | 0,20 | 0,62  | 0,381306           |
| 0,13-0,11            | 0,23              | 0,23 | 0,23 | 0,69  | 0,471502           |
| 0,11-0,09            | 0,24              | 0,24 | 0,24 | 0,71  | 0,506033           |
| 0,09-0,08            | 0,24              | 0,24 | 0,24 | 0,71  | 0,506033           |
| Total                | 1,07              | 1,06 | 1,07 | 3,20  | 2,085117           |

$$\begin{aligned}
 \text{JK perlakuan} &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n_1} - FK \\
 &= \frac{2,085117}{15} - 0,68104 \\
 &= 0,014
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{JK galat} &= \text{JK total} - \text{JK perlakuan} \\
 &= 0,01405 - 0,014 \\
 &= 0,00005
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.4 Analisis Ragam

| SK        | db | JK      | KT       | Fhitung | Ftabel |
|-----------|----|---------|----------|---------|--------|
| Perlakuan | 4  | 0,014   | 0,0035   | 717,167 | 5,99   |
| Galat     | 10 | 0,00005 | 0,000005 |         |        |
| Total     | 14 | 0,01405 |          |         |        |

### Uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

$$\text{BNT}(1\%) = t_{\text{tabel}}(\sim/2; db_{\text{galat}}) * \text{sqrt}(2 * KT_{\text{galat}}/n)$$

$$\text{BNT}(1\%) = t_{\text{tabel}}(0.005; 10) * \text{sqrt}(2 * 0.000005/3)$$

$$\text{BNT}(1\%) = 3,169 * \text{sqrt}(2 * 0.000005/3)$$

$$\text{BNT}(1\%) = 0,0082$$

Tabel F.5 Uji Beda Nyata Terkecil

| Ukuran partikel | KTK rata-rata (mek/gram) |      |       |       |       |
|-----------------|--------------------------|------|-------|-------|-------|
|                 |                          | 0,16 | 0,21  | 0,23  | 0,24  |
| 90              | 0,16                     | 0    | 0,05* | 0,07* | 0,08* |
| 120             | 0,21                     |      | 0     | 0,02* | 0,03* |
| 150             | 0,23                     |      |       | 0     | 0,01* |
| 180             | 0,24                     |      |       |       | 0     |
| 200             | 0,24                     |      |       |       | 0     |

Keterangan :

\* = memberikan nilai beda nyata

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## Lampiran 7. Uji Statistik Penentuan Lama Waktu Kalsinasi Optimum pada Nilai KTK Piropilit terhadap ion $Mg^{2+}$

Tabel L.7.1 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Lama Waktu Kalsinasi | KTK (mek/gram) |      |      | Total | KTK rata-rata (mek/gram) |
|----------------------|----------------|------|------|-------|--------------------------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  |       |                          |
| 3                    | 0,19           | 0,20 | 0,19 | 0,580 | 0,19 $\pm$ 0,01          |
| 4                    | 0,21           | 0,21 | 0,22 | 0,640 | 0,21 $\pm$ 0,01          |
| 5                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,690 | 0,23 $\pm$ 0,00          |
| 6                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,690 | 0,23 $\pm$ 0,00          |
| 7                    | 0,22           | 0,23 | 0,22 | 0,670 | 0,22 $\pm$ 0,01          |
| Total                | 1,08           | 1.1  | 1,09 | 3,270 | 1,09 $\pm$ 0,01          |

$$FK = \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} = \frac{(3,270)^2}{15} = 0,713$$

Tabel L.7.2 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Lama Waktu Kalsinasi | KTK (mek/gram) |      |      | KTK <sup>2</sup> |       |       |
|----------------------|----------------|------|------|------------------|-------|-------|
|                      | (1)            | (2)  | (3)  | (1)              | (2)   | (3)   |
| 3                    | 0,19           | 0,20 | 0,19 | 0,036            | 0,040 | 0,036 |
| 4                    | 0,21           | 0,21 | 0,22 | 0,044            | 0,044 | 0,048 |
| 5                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,053            | 0,053 | 0,053 |
| 6                    | 0,23           | 0,23 | 0,23 | 0,053            | 0,053 | 0,053 |
| 7                    | 0,22           | 0,23 | 0,22 | 0,048            | 0,053 | 0,048 |
| Total                | 1,08           | 1.1  | 1,09 | 0,234            | 0,243 | 0,239 |

$$\begin{aligned}
 JK \text{ total} &= \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} - FK \\
 &= 0,71604 - 0,713 \\
 &= 0,00304
 \end{aligned}$$



Tabel L.7.3 Hasil penentuan KTK piropilit dengan variasi lama waktu kalsinasi setelah kontak dengan larutan  $Mg^{2+}$

| Lama Waktu Kalsinasi | KTK (mek/100gram) |      |      | Total | Total <sup>2</sup> |
|----------------------|-------------------|------|------|-------|--------------------|
|                      | (1)               | (2)  | (3)  |       |                    |
| 3                    | 0,19              | 0,20 | 0,19 | 0,580 | 0,3364             |
| 4                    | 0,21              | 0,21 | 0,22 | 0,640 | 0,4096             |
| 5                    | 0,23              | 0,23 | 0,23 | 0,690 | 0,4761             |
| 6                    | 0,23              | 0,23 | 0,23 | 0,690 | 0,4761             |
| 7                    | 0,22              | 0,23 | 0,22 | 0,670 | 0,4489             |
| Total                | 1,08              | 1.1  | 1,09 | 3,270 | 2,1471             |

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

$$= \frac{2,1471}{15} - 0,713$$

$$= 0,00284$$

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

$$= 0,00304 - 0,00284$$

$$= 0,00020$$

Tabel L.7.4 Analisis Ragam

| SK        | db | JK      | KT      | Fhitung | Ftabel |
|-----------|----|---------|---------|---------|--------|
| Perlakuan | 4  | 0,00284 | 0,00071 | 35,5    | 5,99   |
| Galat     | 10 | 0,00020 | 0,00002 |         |        |
| Total     | 14 | 0,00304 |         |         |        |

### Uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

$$BNT(1\%) = t_{\text{tabel}}(\sim/2; db_{\text{galat}}) * \sqrt{2 * KT_{\text{galat}}/n}$$

$$BNT(1\%) = t_{\text{tabel}}(0.005; 10) * \sqrt{2 * 0,00002/3}$$

$$BNT(1\%) = 3,169 * \sqrt{2 * 0,00002/3}$$

$$BNT(1\%) = 0,0116$$

Tabel L.7.5 Uji Beda Nyata Terkecil

| Lama Waktu Kalsinasi |      | KTK rata-rata (mek/100gram) |       |       |       |       |
|----------------------|------|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|
|                      |      | 0,19                        | 0,21  | 0,23  | 0,23  | 0,22  |
| 3                    | 0,19 | 0                           | 0,02* | 0,04* | 0,04* | 0,03* |
| 4                    | 0,21 |                             | 0     | 0,02* | 0,02* |       |
| 5                    | 0,23 |                             |       | 0     | 0     |       |
| 6                    | 0,23 |                             |       | 0     | 0     |       |
| 7                    | 0,22 |                             |       |       |       | 0     |

Keterangan :

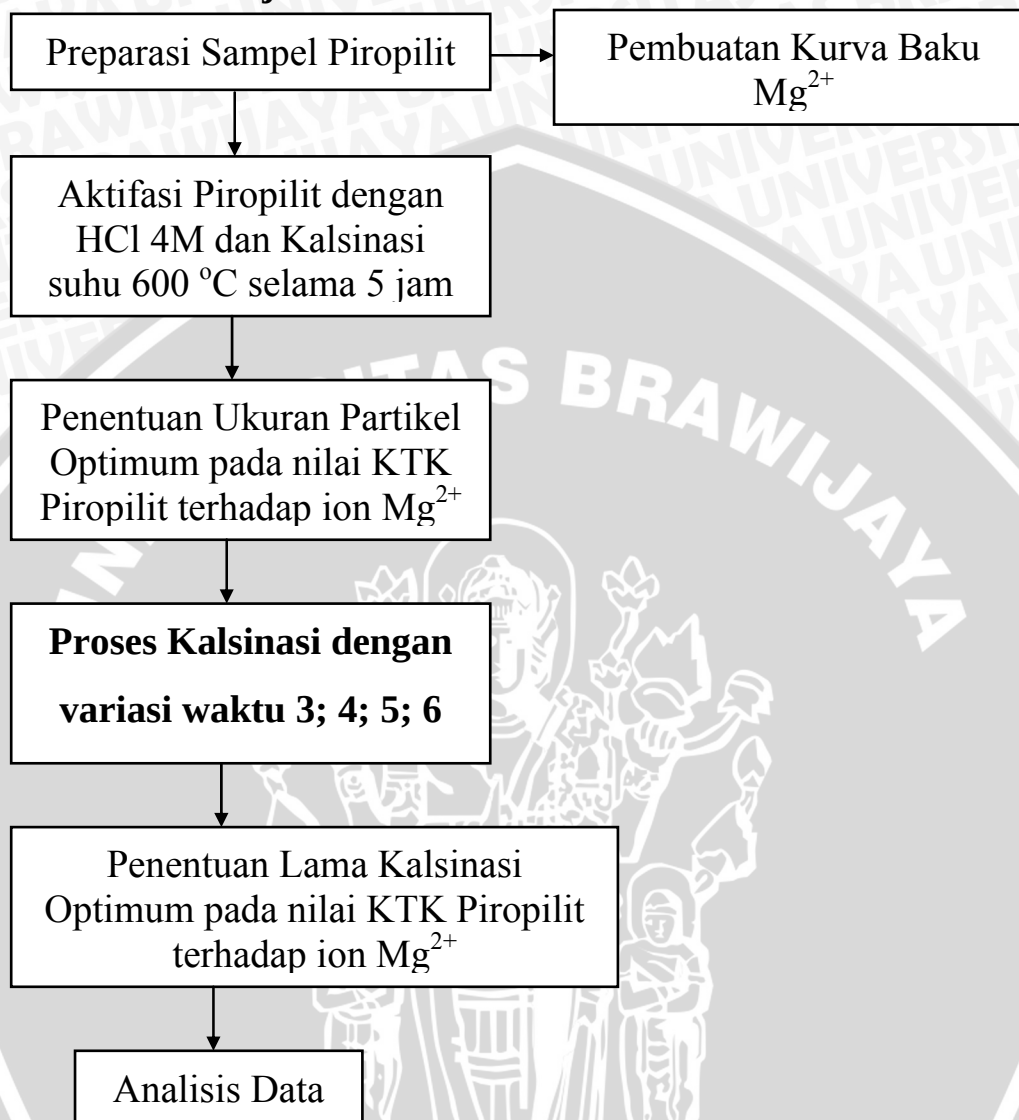
\* = memberikan nilai beda nyata

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## Lampiran 8. Diagram ALir

### 1. Skema Kerja



### 2. Preparasi Sampel Piropilit

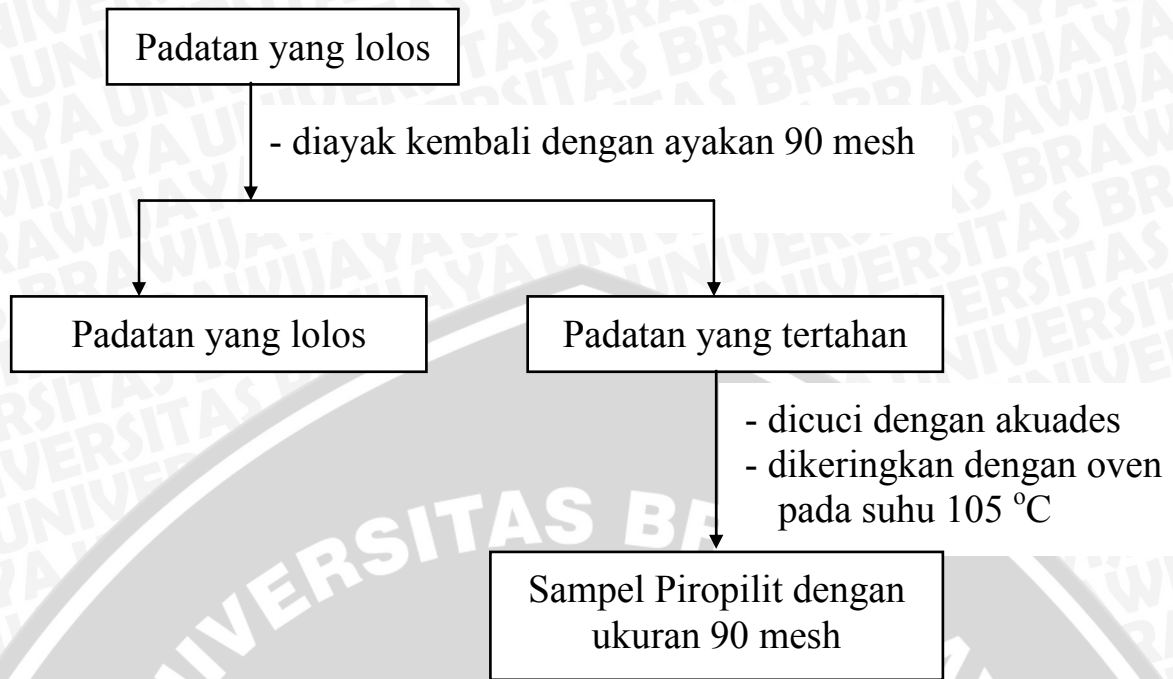
Sampel Piropilit

- ditumbuk dengan mortar
- diayak dengan ayakan 60 mesh

Padatan yang lolos

Padatan yang tertahan

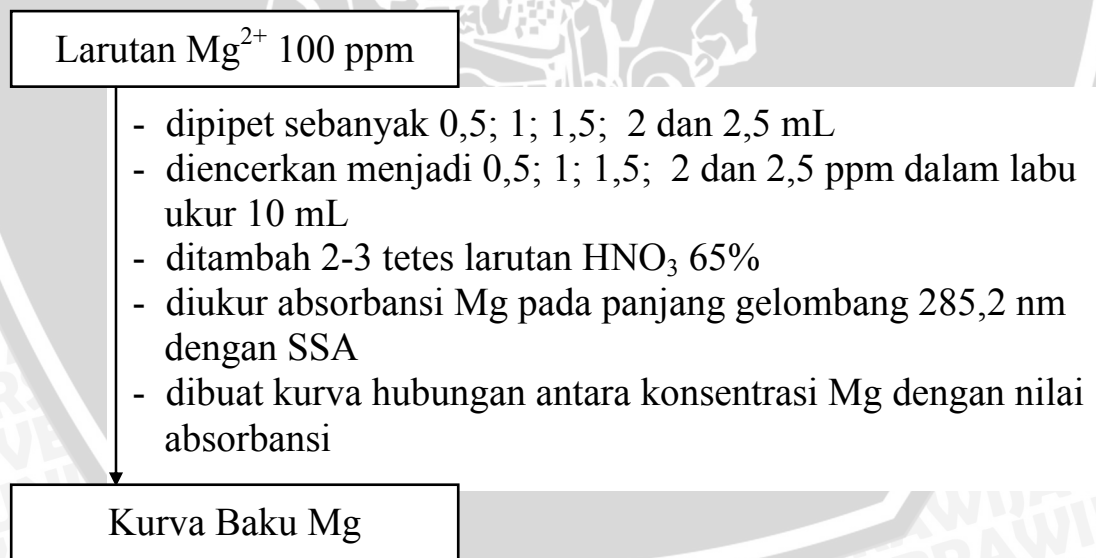




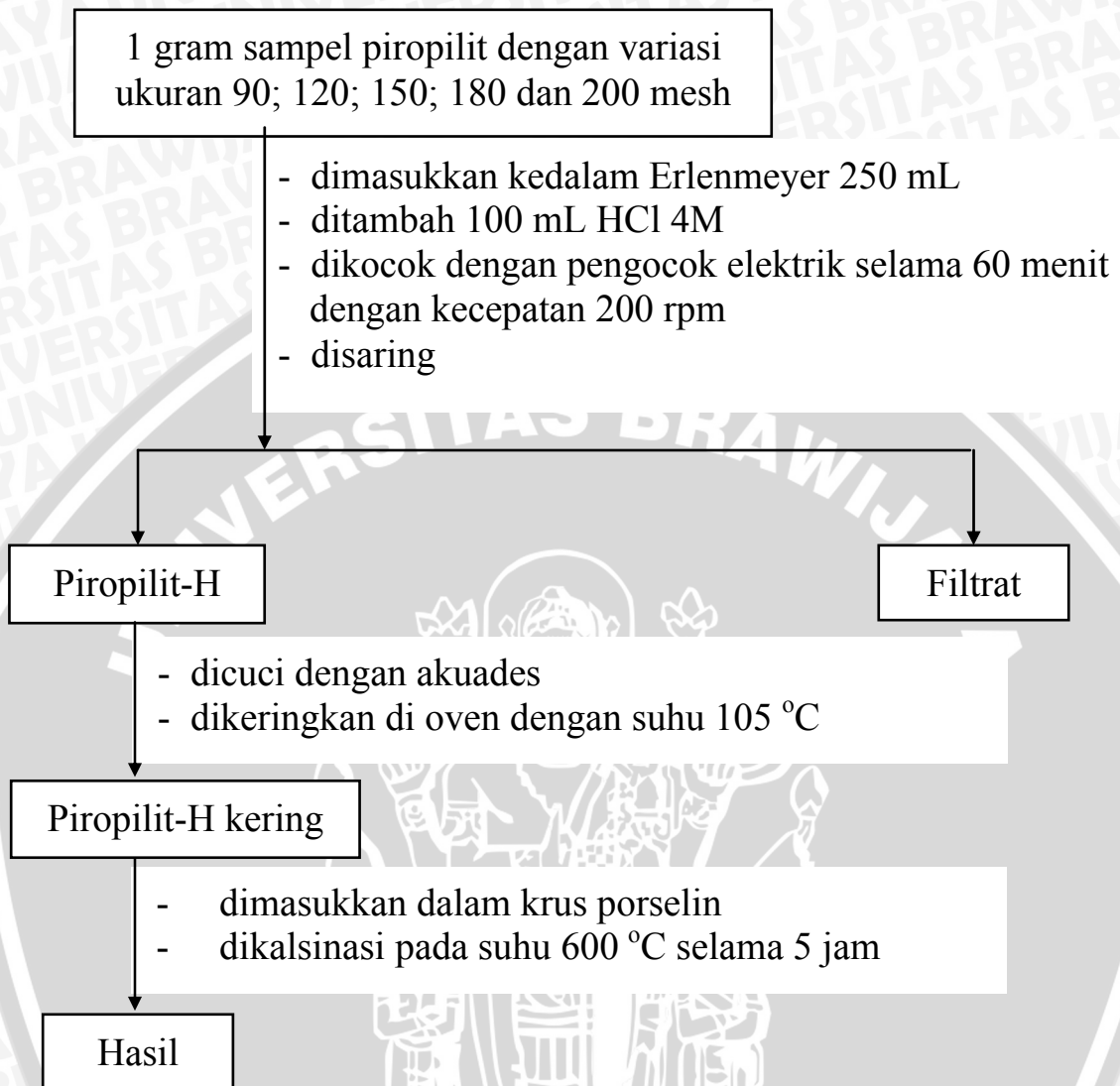
Keterangan :

Dilakukan prosedur yang sama untuk mendapatkan piropilit dengan ukuran 120 mesh, 150 mesh, 180 mesh, dan 200 mesh.

### 3. Pembuatan Kurva Baku $Mg^{2+}$



#### 4. Aktivasi Piropilit dengan HCl 4M dan Kalsinasi pada suhu 600 °C selama 5 jam

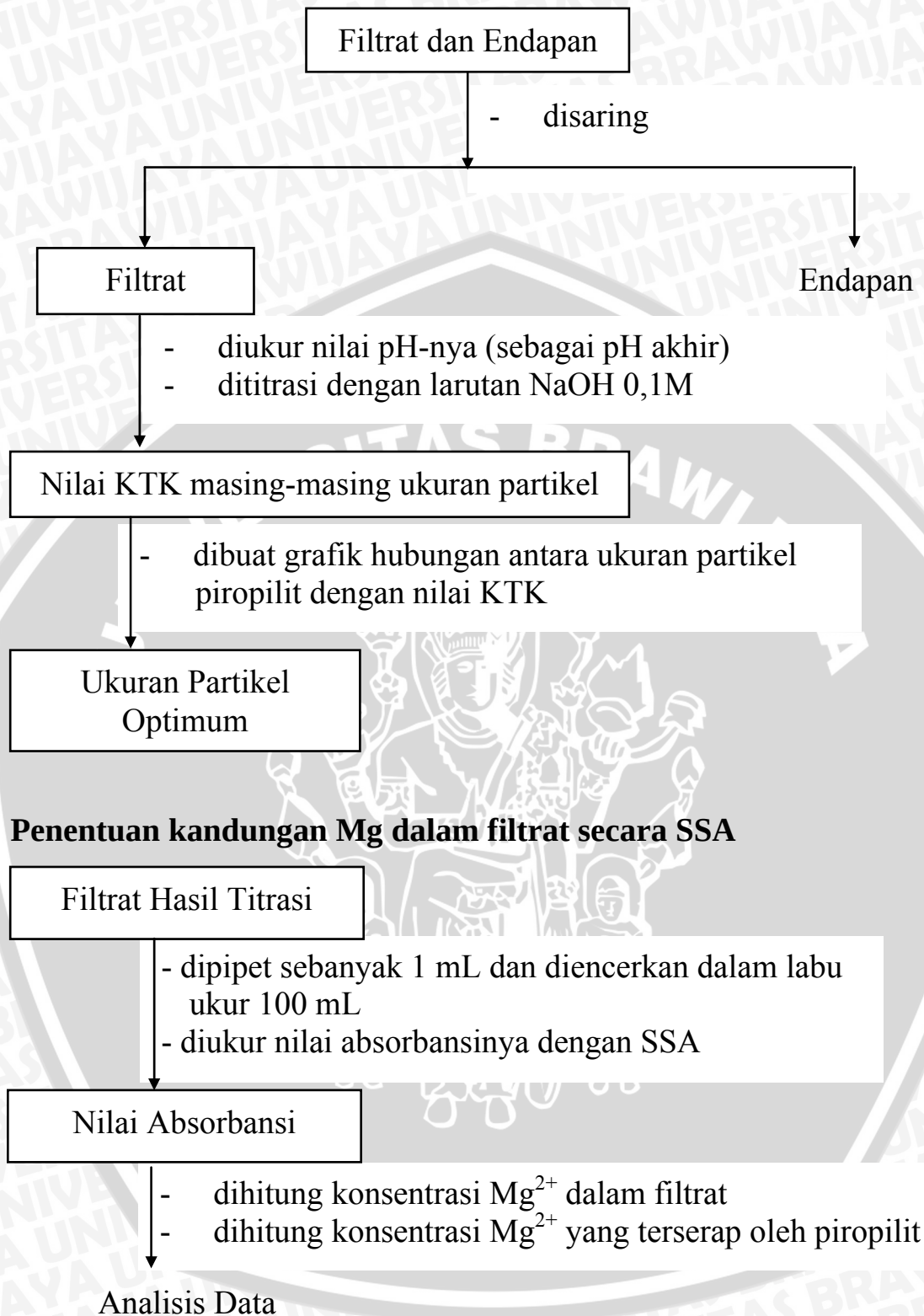


#### 5. Penentuan Ukuran Partikel Optimum

0,2 gram sampel piropilit dengan variasi ukuran 90; 120; 150; 180 dan 200 mesh

- dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 mL
- ditambah 100 mL larutan  $\text{Mg}^{2+}$  300 ppm
- dikocok dengan pengocok elektrik selama 120 menit dengan kecepatan 200 rpm
- disaring

Filtrat dan Endapan





## 6. Kalsinasi dengan variasi lama waktu kalsinasi

Piropilit-H dengan ukuran partikel optimum  
sebanyak 1 gram

- dimasukkan dalam krus porselin
- dikalsinasi dengan variasi lama waktu kalsinasi 3,4,5,6 dan 7 jam

Piropilit-H kering

## 7. Penentuan lama kalsinasi optimum

0,2 gram sampel piropilit-H dengan  
ukuran partikel optimum

- dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 mL
- ditambah 100 mL larutan  $Mg^{2+}$  300 ppm
- dikocok dengan pengocok elektrik selama 120 menit dengan kecepatan 200 rpm
- disaring

Filtrat

Endapan

- diukur nilai pH-nya (sebagai pH akhir)
- dititrasi dengan larutan NaOH 0,1M

Nilai KTK masing-masing lama waktu kalsinasi

- dibuat grafik hubungan antara lama kalsinasi piropilit dengan nilai KTK

Lama kalsinasi  
optimum

## Penentuan konsentrasi $\text{Mg}^{2+}$ dalam filtrat dengan SSA

Filtrat Hasil Titrasi

- dipipet sebanyak 1 mL dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL
- diukur nilai absorbansinya dengan SSA

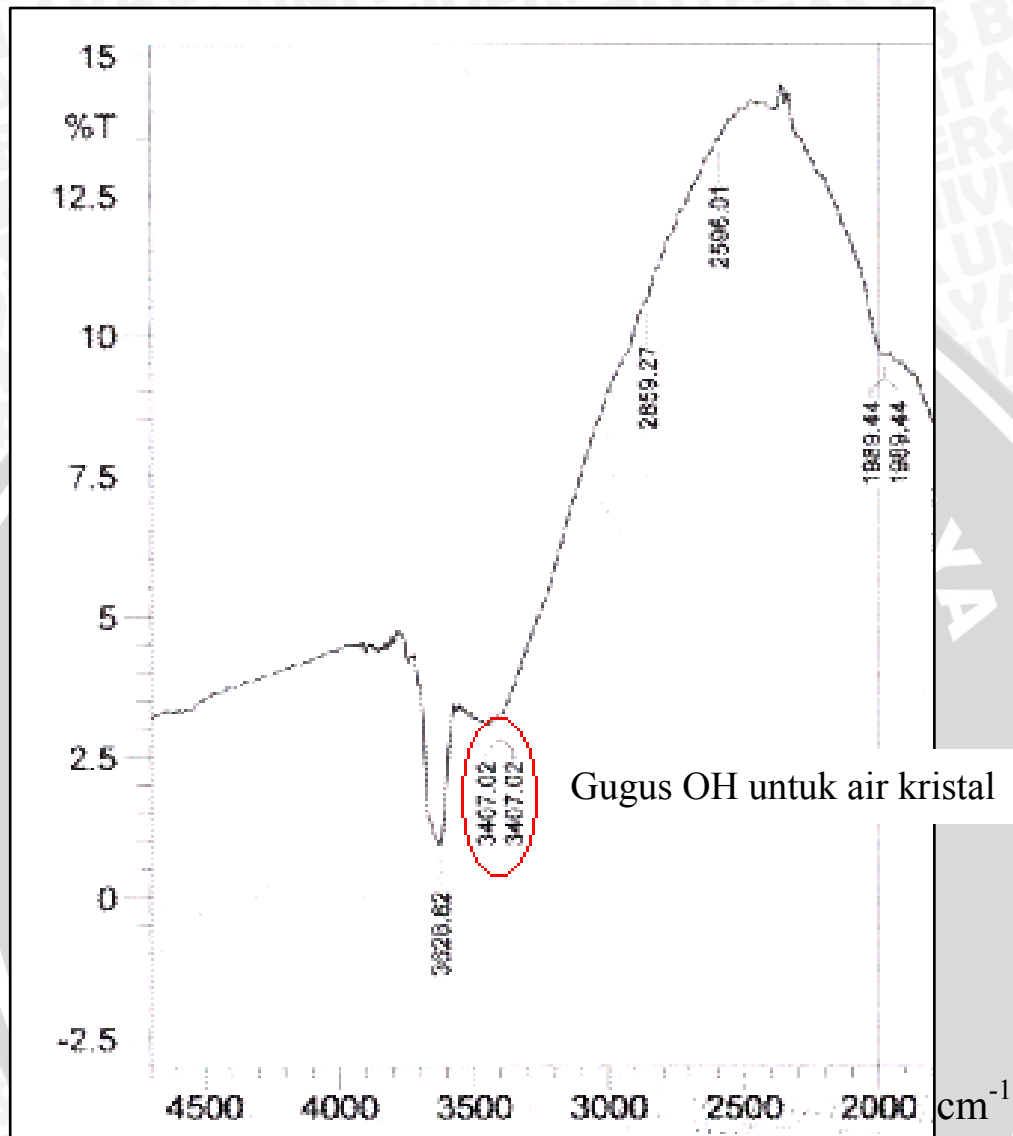
Nilai Absorbansi

- dihitung konsentrasi  $\text{Mg}^{2+}$  dalam filtrat
- dihitung konsentrasi  $\text{Mg}^{2+}$  yang terserap oleh piropilit

Analisis Data

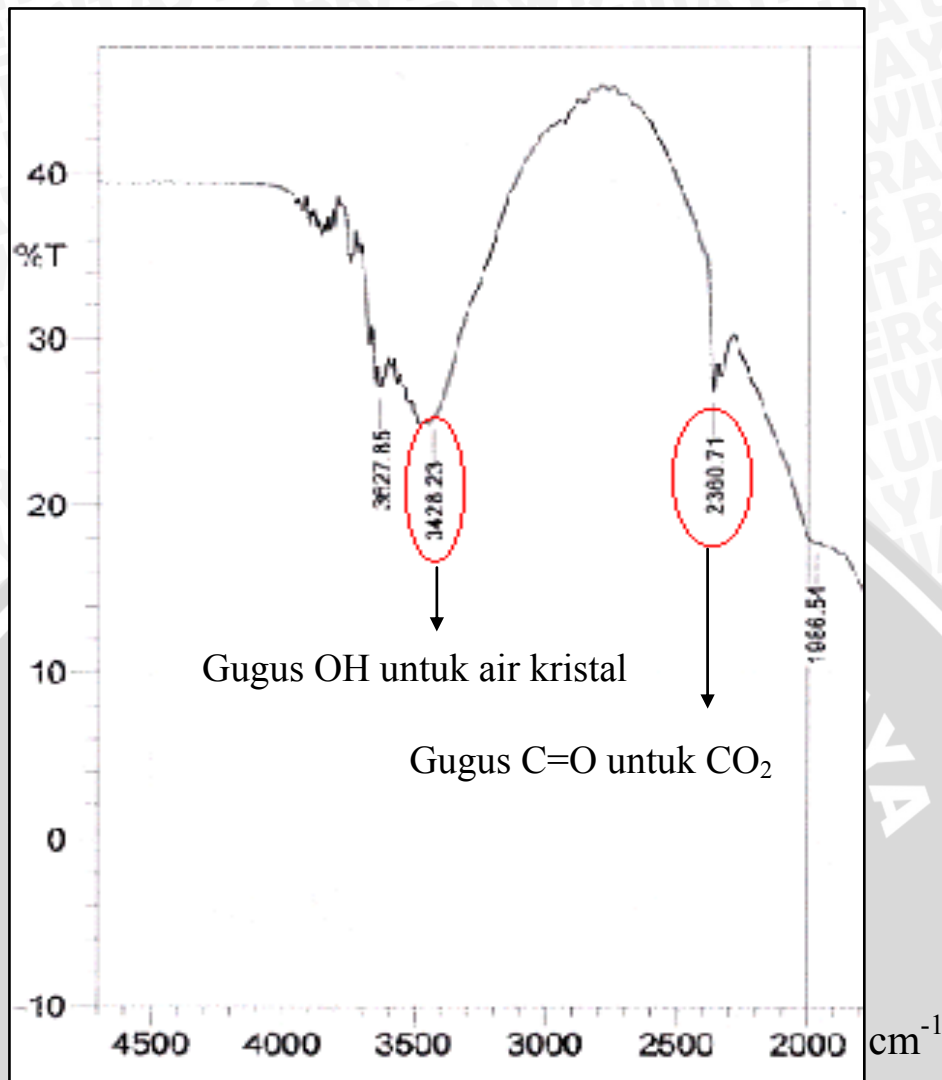


## Lampiran 9. Gambar Spektra Inframerah Piropilit



**Gambar L.9.1 Spektra Inframerah Piropilit Tanpa Proses Aktivasi**





**Gambar L.9.2 Spektra Inframerah Piropilit dengan proses Aktivasi HCl 4M dan kalsinasi 5 jam**

**Tabel L.9.1 Data Spektra Inframerah Piropilit Alam Nawangan Pacitan Tanpa Aktifasi dan Aktifasi dengan HCl 4M serta Kalsinasi pada Suhu 600 °C selama 5 jam**

| Bilangan Gelombang | Piropilit Tanpa Aktivasi |        | Piropilit dengan Aktivasi HCl 4M dan Kalsinasi 600 °C selama 5 jam |        |
|--------------------|--------------------------|--------|--------------------------------------------------------------------|--------|
|                    | %T                       | A      | %T                                                                 | A      |
| 3487,61            | 3,233                    | 1,4904 | 25,121                                                             | 0,5999 |
| 2360,71            | 0                        | 0      | 26,66                                                              | 0,5741 |

Keterangan :

%T = persen transmitansi

A = nilai absorbansi