

**OPTIMASI KONDISI ADSORPSI SIANIDA  
PADA PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN**

**SKRIPSI**

oleh :  
**KANA MARDHIYAH**  
**0510920034-92**



**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**  
**MALANG**  
**2009**

**OPTIMASI KONDISI ADSORPSI SIANIDA  
PADA PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN**

**SKRIPSI**

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

oleh :

**KANA MARDHIYYAH**

**0510920034-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2009**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**OPTIMASI KONDISI ADSORPSI SIANIDA PADA  
PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN**

oleh

**KANA MARDHIYYAH**  
**0510920034- 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**

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

**Dr. Hermin Sulistyarti**  
**NIP. 131 759 832**

**Mengetahui,**  
**Ketua Jurusan Kimia**  
**Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS.**  
**NIP. 131 653 134**

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

**Nama : Kana Mardhiyyah**

**NIM : 0510920034-92**

**Jurusan : Kimia**

**Penulis skripsi berjudul :**

**Optimasi Kondisi Adsorpsi Sianida pada Piropilit Alam  
Nawangan Pacitan**

**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, April 2009**

**Yang menyatakan.**

**(Kana Mardhiyyah)**

**NIM. 0510920034-92**

# OPTIMASI KONDISI ADSORPSI SIANIDA PADA PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN

## ABSTRAK

Penelitian tentang optimasi kondisi adsorpsi sianida pada piropilit alam Nawangan Pacitan yang meliputi lama pengocokan, konsentrasi sianida, dan ukuran partikel piropilit telah dilakukan. Adsorpsi dilakukan dengan menggunakan 0,7 gram adsorben dan 100 mL larutan sianida pada variasi lama pengocokan 15, 30, 45, 60, 75, dan 90 menit, variasi konsentrasi sianida 6, 8, 10, 12, 14, dan 16 ppm, dan variasi ukuran partikel piropilit 0,629, 0,164, 0,111, dan 0,051 mm. Penentuan konsentrasi sianida setelah proses adsorpsi dilakukan secara spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks tetrasianonikelat(II). Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan maksimum adalah 1,05 mg/g, diperoleh pada lama pengocokan optimum 60 menit dengan konsentrasi sianida optimum 10 ppm dan ukuran partikel piropilit maksimum 0,051 mm.

Kata kunci : *piropilit, adsorpsi, adsorben*

# OPTIMIZATION OF CYANIDE ADSORPTION CONDITION ON NATURAL PYROPHYLLITE OF NAWANGAN PACITAN

## ABSTRACT

The optimization of cyanide adsorption condition on natural pyrophyllite of Nawangan Pacitan involving shaking time, cyanide concentration, and pyrophyllite particle size had been conducted. The adsorption was studied using 0.7 gram of adsorbent, 100 mL of cyanide solution at various shaking time of 15, 30, 45, 60, 75, and 90 minutes, various concentration of 6, 8, 10, 12, 14, and 16 ppm, and various pyrophyllite particle size of 0.629, 0.164, 0.111, and 0.051 mm. The cyanide concentration after adsorption process was determined with UV spectrophotometer based on formation of tetracyanonickelate complex. The result showed that under the optimum conditions of shaking time of 60 minutes, cyanide concentration of 10 ppm, and pyrophyllite particle size of 0.051 mm, the maximum value of pyrophyllite adsorption ability is 1.05 mg/g.

Key Word : *pyrophyllite, adsorption, adsorbent*

## 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 *Optimasi Kondisi Adsorpsi Sianida pada Piropilit Alam Nawangan Pacitan* 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. Darjito, S.Si., M.Si. dan Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Dr. Soebiantoro, Apt.M.Sc. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
4. Dosen- dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini
5. Bapak, Ibu, dan Adik tercinta, serta seluruh keluarga yang selalu memberikan doa, semangat, perhatian dan kasih sayang selama kuliah
6. Semua pihak yang telah banyak membantu hingga terselesaikannya tugas akhir 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, April 2009  
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> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	2
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Mineral Piroplit.....	3
2.2 Mineral Piroplit Alam Nawangan Pacitan .....	5
2.3 Sianida.....	6
2.4 Adsorpsi .....	7
2.5 Pengukuran Sianida Secara Spektrofotometri .....	10
2.6 Hipotesis .....	12
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	13
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	13
3.2.1 Bahan Penelitian .....	13
3.2.2 Alat Penelitian .....	13
3.3 Tahap Penelitian .....	13
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Preparasi sampel piropilit .....	14
3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum ...	14
3.4.3 Pembuatan kurva baku sianida.....	14

3.4.4	Pengaruh lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan pacitan.....	15
3.4.5	Pengaruh konsentrasi sianida terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan .....	15
3.4.6	Pengaruh ukuran partikel piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap kemampuan adsorpsi .....	15
3.4.7	Penentuan konsentrasi sianida dalam filtrate (yang tidak teradsorpsi) menggunakan metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II) .....	16
3.4.8	Analisis data .....	16
 <b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Preparasi Sampel Piropilit.....	17
4.2	Pengaruh Lama Pengocokan Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan.....	17
4.3	Pengaruh Konsentrasi Sianida Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan.....	20
4.4	Pengaruh Ukuran Partikel Piropilit Alam Nawangan Pacitan Terhadap Kemampuan Adsorpsi .....	22
 <b>BAB V KESIMPULAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	25
5.2	Saran .....	25
 <b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....		26
<b>LAMPIRAN</b> .....		30

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1	Struktur Mineral Piropilit.....3
Gambar 2	Penataulangan atom pada unit sel piropilit.....4
Gambar 3	Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan .....5
Gambar 4	Kurva Hubungan antara absorbansi dengan Konsentrasi .....11
Gambar 5	Grafik Hubungan antara Lama Pengocokan dengan Persen Adsorpsi Piropilit.....19
Gambar 6	Grafik Hubungan antara Konsentrasi sianida dengan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit.....21
Gambar 7	Grafik Hubungan antara Ukuran Partikel Piropilit dengan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit .....23
Gambar L.3.1	Grafik Absorbansi Senyawa $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ pada Variasi Panjang Gelombang .....36
Gambar L.4.1	Kurva Baku Sianida .....37
Gambar L.9	Grafik Hubungan antara Ukuran Mesh dengan Ukuran mm.....53

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1	Konsentrasi Sianida dan Kemampuan Adsorpsi Piropilit ..... 21
Tabel 2	Konsentrasi Sianida Pada Filtrat ..... 24
Tabel L.2.1	Pengenceran Larutan Sianida Konsentrasi 4-16 dari Larutan Sianida 20 ppm ..... 32
Tabel L.3.1	Data Absorbansi dari Senyawa $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ ..... 35
Tabel L.4.1	Hasil Pengukuran Absorbansi dari Berbagai Konsentrasi Sianida..... 37
Tabel L.5.1	Data Total pada Uji Lama Pengocokan Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit ..... 38
Tabel L.6.1	Data Total pada Uji Konsentrasi Sianida Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit ..... 40
Tabel L.7.1	Data Total pada Uji Ukuran Partikel Piropilit Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit..... 41
Tabel L.8.1	Hasil Penentuan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Lama Pengocokan .... 42
Tabel L.8.2	Hasil Analisis Sidik Ragam Pengaruh Variasi Lama Pengocokan Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit..... 44
Tabel L.8.3	Hasil Uji BNT pada Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Lama Pengocokan ..... 45
Tabel L.8.4	Hasil Penentuan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Konsentrasi Sianida..... 45
Tabel L.8.5	Hasil Analisis Sidik Ragam Pengaruh Konsentrasi Sianida Terhadap Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit..... 47
Tabel L.8.6	Hasil Uji BNT pada Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Konsentrasi ..... 48

Tabel L.8.7	Hasil Penentuan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Ukuran Partikel Piropilit .....	49
Tabel L.8.8	Hasil Analisis Sidik Ragam Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Piropilit dengan Larutan Sianida 10 ppm pada Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit.....	51
Tabel L.8.9	Hasil Uji BNT pada Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit dengan Variasi Ukuran Partikel Piropilit .....	51
Tabel L.9	Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh.....	53



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Pembuatan Larutan ..... 30
Lampiran 2	Perhitungan..... 31
Lampiran 3	Penentuan Panjang Geombang Maksimum ..... 35
Lampiran 4	Pembuatan Kurva Baku Sianida ..... 37
Lampiran 5	Uji Lama Pengocokan Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Menggunakan Sianida..... 38
Lampiran 6	Uji Konsentrasi Sianida Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Menggunakan Sianida..... 40
Lampiran 7	Uji Ukuran Partikel Piropilit Optimum Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Menggunakan Sianida ..... 41
Lampiran 8	Uji Statistik Penentuan Nilai Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan..... 42
Lampiran 9	Konversi Satuan US Mesh..... 52

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Piropilit merupakan mineral yang dapat dimanfaatkan dalam bidang industri terutama pada pembuatan keramik, gelas, adsorben, dan katalis (Bearat, dkk, 2002). Piropilit juga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi borat (Keren, dkk, 1994). Selain itu, piropilit dapat digunakan untuk mengadsorpsi sianida. Pada berat adsorben 0,7 gram dapat mengadsorpsi 99 % sianida dengan konsentrasi 10 ppm dan lama pengocokan 30 menit (Saxena, dkk, 2001).

Pemetaan yang dilakukan oleh Dinas Pertambangan Provinsi Jawa Timur menunjukkan adanya sebaran, luas areal, besarnya cadangan serta kualitas bahan galian di Kabupaten Pacitan. Terdapat sejumlah 33 jenis bahan tambang, salah satunya adalah piropilit (Anonim, 2007). Mineral piropilit alam Nawangan Pacitan ini berbentuk padatan kristalin dan diperkirakan mempunyai sistem kristal triklinik dengan komposisi kimiawi yang berbeda dengan piropilit India yang digunakan dalam penelitian Saxena *et al*, sehingga penting untuk dikaji lebih lanjut mengenai pemanfaatan piropilit alam Nawangan Pacitan sebagai adsorben untuk sianida.

Sianida merupakan jenis ion sangat beracun dan banyak terdapat pada penyulingan emas, pelapisan logam, limbah industri fotografi dan industri besi (Sharma, 1998). Karena sianida bersifat toksik terhadap manusia, konsentrasi maksimum yang dapat diterima pada tubuh manusia untuk sianida bebas pada air minum adalah 0,2 mg/L (Department of Health Canada, 1979). Oleh karena itu diperlukan metode untuk mengurangi kadar sianida dalam limbah tersebut. Salah satu metode yang digunakan adalah adsorpsi. Adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya lama pengocokan, konsentrasi adsorbat (Sawyer dan McCarty, 1987), dan luas permukaan adsorben (weber, 1972)

Berdasarkan latar belakang di atas maka penelitian yang akan dilakukan ini bertujuan mempelajari pengaruh optimasi kondisi adsorpsi sianida pada piropilit alam Nawangan Pacitan yang meliputi lama pengocokan, konsentrasi sianida dan ukuran partikel piropilit terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan.

## **1.2 Perumusan Masalah**

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

1. Bagaimana pengaruh lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi sianida terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan?
3. Bagaimana pengaruh ukuran partikel piropilit terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan?

## **1.3 Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mineral piropilit yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari Desa Gondang, Kecamatan Nawangan Kabupaten Pacitan Jawa Timur.
2. Variasi waktu 15, 30, 45, 60, 75, dan 90 menit dengan massa adsorben 0,7 gram, ukuran partikel 0,051 mm dan konsentrasi sianida 10 ppm
3. Variasi ukuran partikel yang digunakan adalah 0,629 mm, 0,164 mm, 0,111 mm, dan 0,051 mm.
4. Variasi konsentrasi sianida yang digunakan adalah 6, 8, 10, 12, 14, dan 16 ppm.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui pengaruh lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan.
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi sianida terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan.
3. Mengetahui pengaruh ukuran partikel piropilit terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan mampu untuk memberikan informasi tentang kemampuan piropilit alam Nawangan Pacitan dengan pengaruh lama pengocokan, konsentrasi sianida, dan ukuran partikel dalam mengadsorpsi sianida sehingga dapat meningkatkan penggunaan piropilit sebagai adsorben.

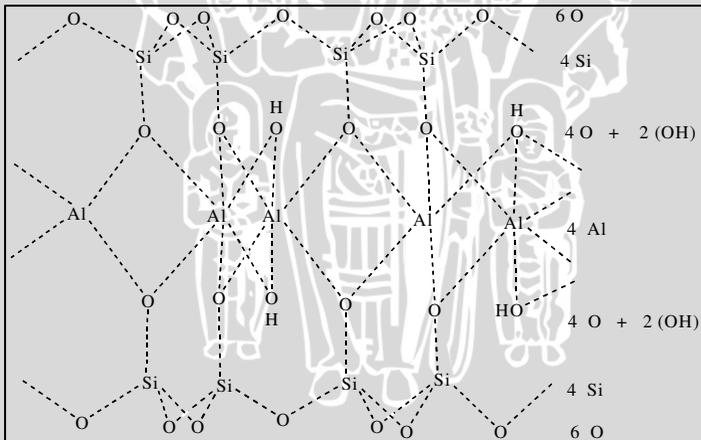
## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Mineral Piropilit

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

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	$\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Piropilit mempunyai rumus kimia  $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$  merupakan mineral yang termasuk dalam klas silikat, subklas *phyllosilicates* dengan struktur berbentuk lembaran seperti *sandwich* (Gambar 1). Bentuk *phyllosilicate* merupakan tumpukan dari silikat yang terdiri dari  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dimana lapisan silikatnya tidak terhubung langsung antara lapisan silikat atas dan lapisan silikat di bawahnya, tetapi diantara dua lapisan silikat tersebut terdapat mineral Gibbsite [ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ] yang berstruktur oktahedral.

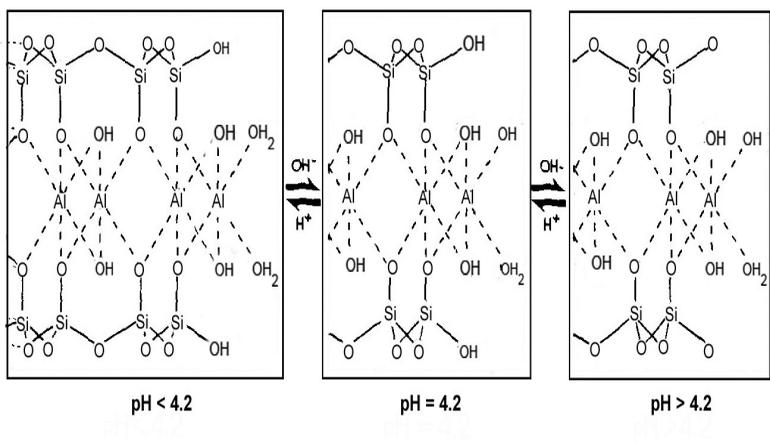


Gambar 1 Struktur Mineral Piropilit (Deer, *et al*, 1992)

Gibbsite (G) pada piropilit 4 atom OH digantikan dengan 4 atom O dari lapisan silikat (S). Keseluruhan struktur dari piropilit dapat digambarkan sebagai S-G-S (Powel, 1998).

Berdasarkan strukturnya, maka mineral piropilit diperkirakan dapat digunakan sebagai adsorben. Beberapa penelitian tentang upaya peningkatan piropilit sebagai adsorben telah dilakukan. Menurut hasil penelitian yang dilakukan oleh Saxena dkk (2001) piropilit dapat digunakan untuk mengadsorpsi sianida. Pada berat adsorben 0,2 gram dapat mengadsorpsi 99 % sianida dengan konsentrasi 1 ppm dan 2 ppm. Piropilit yang digunakan berasal dari India dengan komposisi kimiawi terdiri dari  $\text{SiO}_2$  53,00 %,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  28,14%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,61%,  $\text{TiO}_2$  0,10%,  $\text{MgO}$  1,09%,  $\text{CaO}$  1,63 %,  $\text{K}_2\text{O}$  9,21%,  $\text{Na}_2\text{O}$  0,32%. Selain itu, Keren dkk (1994) telah berhasil melakukan penelitian tentang pemanfaatan piropilit sebagai adsorben untuk mengadsorpsi borat.

Menurut Keren dkk. (1994), gugus fungsi yang paling reaktif pada permukaan mineral piropilit adalah gugus hidroksil ( $-\text{OH}$ ) yang terikat pada permukaan lapisan oktahedral tepatnya pada situs  $\text{Al(III)}$ , dan gugus  $-\text{O}-$  yang terikat pada lapisan tetrahedral tepatnya pada situs  $\text{Si(IV)}$ . Kedua gugus tersebut mempunyai peranan yang sangat penting dalam kemampuannya untuk proses adsorpsi.



Gambar 2 Penataulangan atom pada unit sel piropilit (Keren dan Sparks,1995)

Gugus  $-\text{OH}$  dan  $-\text{O}-$  pada struktur piropilit mempunyai pengaruh yang reaktif terhadap perubahan pH. Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa pada pH rendah (pH asam) yaitu  $\text{pH} < 4.2$ , maka gugus

-OH dan -O- akan berubah menjadi situs asam Lewis (Keren dan Sparks, 1995).

Piropilit merupakan mineral yang isomorf dengan mineral *talc* yaitu mempunyai sifat-sifat fisika yang sama dengan *talc* diantaranya berwarna putih keabu-abuan, massa jenis 2,65-2,85 g/cm<sup>3</sup>, 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. Piropilit mempunyai titik leleh dengan kenaikan suhu antara 1315 °C sampai 2093 °C (Grant, 1972).

## 2.2 Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Nindya (2006) mineral piropilit alam Nawangan mengandung mineral kuarsa (SiO<sub>2</sub>), rutil (TiO<sub>2</sub>) dan hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) mineral ini cenderung mempunyai sistem kristal triklinik.



Gambar 3 Mineral Piropilit Alam Nawangan Pacitan (Anonim, 1996)

Hasil analisis komposisi kimiawi dengan menggunakan metode gravimetri, spektrofotometri sinar tampak dan spektrofotometri serapan terdiri dari SiO<sub>2</sub> (93,87 %), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (4,63 %), MgO (13,67 ppm), CaO (13,67 ppm), K<sub>2</sub>O (106,67 ppm), Na<sub>2</sub>O (22,33 ppm), dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (153,33 ppm). Analisis menggunakan spektrofotometri inframerah menunjukkan adanya 2 gugus

fungsional OH yang spesifik untuk piropilit pada bilangan gelombang  $3647,72 \text{ cm}^{-1}$  dan  $3628,43 \text{ cm}^{-1}$ . Piropilit alam Nawangan mempunyai 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 pori rata-rata sebesar  $43,486 \text{ \AA}$ . Adapun contoh mineral piropilit alam Nawangan Pacitan dapat dilihat pada Gambar 3.

## 2.3 Sianida

Sianida adalah senyawa kimia yang mengandung gugus CN dengan ikatan rangkap tiga antara karbon dalam nitrogen. Dua ion sianida dapat terikat satu dengan yang lain melalui atom karbon yang mengikatnya membentuk gas sianogen (NC-CN). Sianida anorganik mengandung ion  $\text{CN}^-$  yang sangat beracun. Contoh senyawa anorganik sederhana yaitu AgCN dan KCN, sedangkan contoh senyawa anorganik kompleks yaitu  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$  dan  $[\text{Co}(\text{CN})_5(\text{OH})_2]^{2-}$ . Sianida organik mengandung gugus CN dengan ikatan tunggal ke atom karbon yang lain yang dikenal sebagai nitril (Moran, 1999). Contoh senyawa organik antara lain glikosida atau nitril. Sianida bebas didefinisikan sebagai jumlah sianida yang ada baik sebagai HCN maupun sebagai  $\text{CN}^-$ . Ion  $\text{CN}^-$  yang bertindak sebagai ion bebas memiliki jari-jari efektif sekitar  $1,9 \text{ \AA}$  (Sharpe, 1992).

Sianida lebih stabil dalam bentuk ionnya pada pH di atas 9, jika pH turun menyebabkan ion sianida berubah menjadi HCN. Saat pH 7,0 sekitar 95,5 % sianida berada dalam bentuk HCN. Jika pH dibawah 7 seluruh sianida terlarut berada dalam bentuk HCN (Moran, 1999).

Struktur elektronik ion sianida sama dengan karbon monoksida, yakni mempunyai ikatan rangkap tiga antara atom C dan atom N dan bertindak sebagai ligan kuat pada deret spektrokimia ( $\text{I} < \text{Br} < \text{Cl} < \text{F} < \text{C}_2\text{O}_4^{2-} < \text{H}_2\text{O} < \text{NH}_3 < \text{en} < \text{bipy} < \text{NO}_2^- < \text{CN}^- \sim \text{CO}$ ). Sianida bisa berperan sebagai ligan monodentat ataupun ligan ambidentat, dapat membentuk kompleks dengan 28 logam dan terdapat 72 kompleks logam-sianida dengan kestabilan yang berbeda-beda (Ford-Smith, 1964).

Sianida dari golongan alkali dan logam alkali tanah larut dalam air. Semua sianida merupakan senyawa dengan tingkat racun yang sangat tinggi. Asam bebasnya seperti HCN mudah menguap dan

sangat berbahaya (Vogel, 1979). Sianida mampu menjadi reagen pengompleks yang baik dan mampu membentuk kompleks dengan sebagian besar logam golongan transisi pada sistem periodik unsur, antara lain besi, nikel dan kobalt (Barnes, dkk,1999). Beberapa metode yang telah digunakan untuk penentuan sianida yaitu titrimetri, elektrokimia dan spektrofotometri.

Kalium Sianida (KCN) adalah suatu kristal tidak berwarna dan berbentuk kubus. Kalium Sianida berbentuk serbuk putih, titik leleh 634.5 °C, dapat larut air (kelarutan dalam air dingin 50 g/100 cc, air panas 100 g/100 cc) (Weast, dan Astle, 1982).

## **2.4 Adsorpsi**

Proses adsorpsi dapat diartikan sebagai proses penyerapan suatu zat oleh zat lain dimana proses hanya terjadi pada permukaan zat tersebut (Larry, dkk, 1982). Zat yang diserap disebut fase terserap atau adsorbat dan zat yang menyerap disebut adsorben. Peristiwa adsorpsi disebabkan oleh gaya tarik molekul-molekul di permukaan adsorben (Sukardjo, 1990). Adsorpsi berlangsung terus menerus dan berhenti pada saat sistem mencapai kesetimbangan yaitu antara konsentrasi yang tertinggal dalam larutan dengan konsentrasi yang diadsorpsi oleh adsorben (Tan, 1991). Adsorben adalah zat yang mempunyai sifat mengikat molekul pada permukaannya dan sifat ini menonjol pada padatan yang berpori. Beberapa syarat yang harus dipenuhi oleh adsorben antara lain mempunyai luas permukaan besar, berpori, aktif dan murni, serta tidak bereaksi dengan adsorbat (Bernasconi, 1995).

Ada dua macam adsorpsi yaitu adsorpsi fisik (Fisorpsi) dan adsorpsi Kimia (Kemisorpsi) (Oscik dan Copper, 1982). Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dengan adsorbat pada permukaan karena adanya gaya van der Waals (Ikatan Hidrogen) (Oscik dan Copper, 1982). Gaya van der Waals yaitu gaya antar molekul yang terjadi pada antar muka polar dan non polar (Larry, dkk, 1982). Antaraksi van der Waals mempunyai jarak jauh, tetapi lemah. Pada adsorpsi fisik, adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga dapat bergerak ke bagian permukaan adsorben yang lain. Adsorpsi fisika berlangsung cepat, reversibel dengan panas adsorpsi yang kecil, kira-kira 5-10 kkal/mol (Parker, 1984). Sedangkan adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang

melibatkan interaksi yang lebih kuat antara adsorbat dengan adsorben sehingga adsorbat tidak bebas bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian lain. Adsorpsi kimia ini tidak reversibel (Parker, 1984). Adsorpsi kimia ini terjadi dalam bentuk reaksi kimia yang membutuhkan energi lebih besar dari pada energi yang dibutuhkan untuk melakukan adsorpsi kimia. Energi yang dibutuhkan berkisar antara 10-100 kkal/mol (Larry, dkk, 1982).

Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi antara lain :

1. Lama pengocokan

Lama pengocokan yang cukup tinggi diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi. Jika fase cairan yang berisi adsorben diam maka difusi adsorbat pada permukaan adsorben akan lambat dan merupakan tahap untuk menentukan kecepatan adsorpsi sehingga perlu dilakukan pengocokan untuk mempercepat proses adsorpsi. Pada saat kesetimbangan proses adsorpsi cenderung tetap (Sawyer dan McCarty, 1987).

2. Luas permukaan adsorben

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

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.

Satuan ukuran partikel biasanya dalam bentuk mesh. Satuan ini dapat dikonversikan menjadi mm menurut satuan Amerika (US mesh) (Dorfner, 1991). Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh dapat dilihat pada Tabel L.9.

3. Temperatur

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

#### 4. Konsentrasi adsorbat

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

#### 5. pH

pH larutan dapat mempengaruhi jumlah adsorpsi karena pH menentukan derajat disosiasi adsorbat. Selain itu, pH juga mempengaruhi muatan pada permukaan adsorben (Sawyer dan McCarty, 1987).

#### 6. Jenis dan sifat adsorben

Adsorben polar cenderung menyerap adsorbat polar. Sifat adsorben yang berpengaruh adalah kemurnian adsorben dan luas permukaannya. Padatan anorganik cenderung menyerap zat elektrolit (Tan, 1998).

#### 7. Sifat adsorbat

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

Jumlah adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben yang dinyatakan dalam mg/g dinyatakan dengan kemampuan adsorpsi. Kemampuan adsorpsi meningkat dengan meningkatnya jumlah adsorben yang digunakan sampai pada jumlah tertentu. Penambahan lebih banyak lagi jumlah adsorben akan menurunkan kapasitas adsorpsi. Menurut Honeyman dan Santchi (1988), jumlah adsorben yang lebih banyak menyebabkan adanya sisi adsorben yang tidak terisi penuh akibatnya kapasitas adsorpsi dari adsorben menurun.

Suatu struktur pori merupakan suatu hal yang harus diperhatikan karena struktur pori ini berhubungan dengan luas

permukaan. Semakin kecil pori-pori, mengakibatkan luas permukaan semakin besar. Dengan demikian kecepatan adsorpsi bertambah. Adsorpsi akan bertambah besar sesuai dengan bertambahnya ukuran molekul serapan dari struktur yang sama (Sembiring dan Sinaga, 2003).

Jumlah ion  $CN^-$  yang teradsorpsi dapat dihitung menggunakan persamaan 2.1 (Weber, 1972).

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\% \dots \dots \dots (2.1)$$

dimana:  $C_o$  = konsentrasi  $CN^-$  sebelum teradsorpsi (mg/L)

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

Jumlah senyawa teradsorpsi hanya dapat diukur dari kelebihan senyawa tidak teradsorpsi. Dimana metode pengukuran adsorpsi yaitu metode statis. Pada metode statis, pengukuran didasarkan pada perbedaan antara konsentrasi komponen larutan sebelum proses adsorpsi dan konsentrasi larutan pada saat kesetimbangan dengan adsorben. Untuk mengetahui kemampuan adsorpsi adsorben dalam mengikat adsorbatnya dilakukan perhitungan sesuai persamaan 2.2 (Oscik dan Copper, 1982):

$$q_c = \frac{(C_o - C_s) \times V}{m} \dots \dots \dots (2.2)$$

dimana:  $C_o$  = konsentrasi adsorbat sebelum teradsorpsi (ppm)

$C_s$  = konsentrasi adsorbat sesudah teradsorpsi (ppm)

$V$  = volume total larutan (Liter)

$m$  = berat sampel piropilit (gram)

$q_c$  = kemampuan adsorpsi (mg/g)

## 2.5 Pengukuran Sianida Secara Spektrofotometri

Analisis secara spektrofotometri merupakan suatu metode analisa yang didasarkan pada absorpsi radiasi elektromagnetik pada frekuensi atau panjang gelombang tertentu. Instrumen yang digunakan untuk mempelajari serapan atau emisi radiasi elektromagnetik sebagai fungsi dari panjang gelombang disebut spektrometer atau spektrofotometer (Sastrohamidjojo, 1991).

Energi yang diserap bergantung pada perbedaan energi antara tingkat dasar (energi rendah) dengan tingkat tereksitasi (energi tinggi), semakin kecil perbedaannya maka semakin besar panjang gelombang dari serapan. Letak serapan berhubungan dengan

panjang gelombang dari radiasi yang mempunyai energi yang sama dengan yang dibutuhkan oleh transisi elektronik, sehingga kekhasan dari suatu pita serapan adalah letak dan intensitas dari suatu senyawa. Hal ini digunakan sebagai dasar dalam analisis secara kualitatif dan kuantitatif (Silverstein, dkk, 1974).

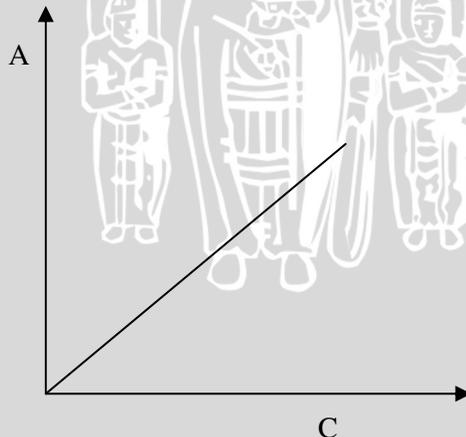
Untuk menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam larutan yang dapat diukur absorbansinya, maka dapat digunakan Hukum Lambert-Beer pada persamaan 2.3 dan 2.4 (Khopkar, 1990).

$$A = -\log T = -\log I_t/I_o \dots\dots\dots (2.3)$$

$$A = a \cdot b \cdot C \dots\dots\dots (2.4)$$

- Dimana :
- A = Absorbansi
  - T = Transmittansi
  - $I_t$  = Intensitas cahaya yang ditransmitasikan
  - $I_o$  = Intensitas cahaya masuk
  - a = Absorpsivitas
  - b = tebal kuvet (cm)
  - C = konsentrasi (ppm)

Secara teori terdapat hubungan linier antara absorbansi dan konsentrasi. Apabila dilakukan pengukuran absorbansi beberapa larutan standar pada konsentrasi tertentu maka akan diperoleh kurva linier yang disebut kurva standar (absorbansi versus konsentrasi) (Kennedy, 1984). Kurva hubungan antara absorbansi dan konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 4, dimana A adalah absorbansi dan C adalah konsentrasi.



Gambar 4 Kurva hubungan konsentrasi (C) dengan absorbansi (A)

Pengukuran sianida secara spektrofotometri dapat ditentukan melalui metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II). Kompleks  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$  merupakan kompleks persegi empat terbentuk dari hasil ikatan hibridisasi  $dsp^2$  dari ion pusat dan ligananya. Semua elektronnya berpasangan sehingga bersifat diamagnetik (Sukardjo, 1985).

Ion tetrasianonikelat (II)  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ , merupakan kompleks yang stabil dengan konstanta pembentukan  $10^{30}$ . Anion ini mempunyai tiga puncak serapan yakni pada 197, 267, dan 284 nm, dengan pita absorpsi maksimum pada 197 nm. Untuk meningkatkan selektivitasnya deteksi anion tetrasianonikelat (II) panjang gelombang 267 dipilih sebagai panjang gelombang maksimum untuk pengukuran, dengan pertimbangan bahwa sebagian besar anion anorganik lainnya menyerap sinar UV pada panjang gelombang yang sangat rendah ( $<260$  nm) (Sulistiyarti, dkk, 1987).

Ion sianida akan bereaksi dengan Ni(II) menjadi  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$  dengan perbandingan mol 4 : 1 untuk  $\text{CN} : \text{Ni}^{2+}$ . Reaksi yang terjadi terlihat pada persamaan 2.5 (Scoggins, 1972).



## 2.6 Hipotesis

Berdasarkan teori yang telah diperoleh, maka dapat disusun hipotesis bahwa

1. Semakin lama waktu pengocokan maka kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap sianida dapat meningkat sampai kesetimbangan tercapai.
2. Semakin tinggi konsentrasi sianida maka kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap sianida dapat meningkat sampai kesetimbangan tercapai.
3. Semakin kecil ukuran partikel piropilit maka kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan terhadap sianida dapat meningkat sampai kesetimbangan tercapai.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian tentang optimasi kondisi adsorpsi sianida pada piropilit alam Nawangan Pacitan yang meliputi lama pengocokan, konsentrasi sianida, dan ukuran partikel piropilit 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: kalium sianida, natrium hidroksida, ammonia ( $b_j=0,91$  kg/L, 25 %), ammonium klorida, nikel (II) klorida heksa hidrat, kecuali kertas saring Whatman No.42 dan akuades.

##### **3.2.2 Alat penelitian**

Alat-alat digunakan dalam penelitian ini meliputi alat penumbuk, seperangkat alat gelas, statif, botol semprot, ayakan 0,841 mm, 0,419 mm, 0,178 mm, 0,149 mm, 0,125 mm, 0,098 mm, 0,056 mm, dan ayakan 0,046 mm, pengocok elektrik (Edmund Buhler SM 25), pH-meter (Inolab), Spektrofotometer UV Shimadzu-1601A, Oven (her Scientific 655F), timbangan analitis Mettler AE 50, dan pengaduk magnet.

#### **3.3 Tahap penelitian**

Tahap kerja dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi piropilit
2. Penentuan panjang gelombang maksimum
3. Pembuatan kurva baku sianida
4. Pengaruh lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan

5. Pengaruh konsentrasi sianida terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan
6. Pengaruh ukuran partikel piropilit terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan
7. Penentuan sianida dalam filtrat (yang tidak teradsorpsi) dengan metode spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II)
8. Analisis data

### **3.4 Prosedur Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi sampel piropilit**

Mengacu pada prosedur preparasi zeolit oleh Hayati (2002), mineral piropilit ditumbuk dengan menggunakan alat penumbuk dan diayak dengan menggunakan ayakan yang berukuran 20 mesh (0,841 mm), padatan yang lolos kemudian diayak dengan menggunakan ayakan 40 mesh (0,419 mm), padatan yang tertahan dihomogenasi lalu dicuci dengan akuades, diukur pH piropilit dengan menggunakan pH meter dan dikeringkan di dalam oven pada temperatur 105 °C sampai berat konstan, sehingga diperoleh ukuran partikel piropilit 0,629 mm. Dilakukan prosedur yang sama dengan menggunakan ayakan yang berukuran 0,178 mm dan 0,149 mm untuk mendapatkan piropilit dengan ukuran 0,164 mm, ayakan yang berukuran 0,125 mm dan 0,098 mm untuk mendapatkan piropilit dengan ukuran 0,111 mm, dan ayakan 0,056 mm dan 0,046 mm untuk mendapatkan piropilit dengan ukuran 0,051 mm.

#### **3.4.2 Penentuan panjang gelombang maksimum**

Diambil larutan sianida 7 ppm sebanyak 5,0 mL, ditambah 5,0 mL  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  0,004 M, dihomogenkan, lalu diukur serapannya pada panjang gelombang 257- 277 nm dengan spektrofotometer UV.

#### **3.4.3 Pembuatan kurva baku sianida**

Serangkaian larutan sianida dengan konsentrasi 0, 4, 6, 8, 10, 12, 14 dan 16 ppm masing-masing diambil 5,0 mL, ditambah 5,0 mL  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  0,004 M, dihomogenkan, lalu diukur serapannya pada panjang gelombang 267 nm dengan spektrofotometer UV.

### **3.4.4 Pengaruh lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan**

Larutan sianida 10 ppm sebanyak 100,0 mL dicampur dengan sampel piropilit dengan massa 0,7 gram dalam erlenmeyer 250 mL menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm dan variasi waktu 15; 30; 45; 60; 75; 90 menit. Selanjutnya campuran tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No.42. Filtrat ditampung di dalam Erlenmeyer 250 mL, diukur pH filtrat dengan menggunakan pH meter. Kemudian filtrat di ukur dengan metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II) (Prosedur 3.4.7) untuk mengetahui konsentrasi sianida yang tidak teradsorpsi. Lama pengocokan yang menghasilkan kemampuan adsorpsi paling tinggi merupakan lama pengocokan optimum.

### **3.4.5 Pengaruh konsentrasi sianida terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan**

Larutan sianida sebanyak 100,0 mL dengan variasi konsentrasi 6, 8, 10, 12, 14, dan 16 ppm dicampur dengan sampel piropilit 0,7 gram dalam erlenmeyer 250 mL menggunakan pengocok elektrik dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit. Selanjutnya campuran tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No.42. Filtrat ditampung dalam Erlenmeyer 250 mL, diukur pH filtrat dengan menggunakan pH meter. Kemudian filtrat di ukur dengan metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II) (Prosedur 3.4.7) untuk mengetahui konsentrasi sianida yang tidak teradsorpsi. Konsentrasi sianida yang menghasilkan kemampuan adsorpsi tertinggi merupakan konsentrasi optimum.

### **3.4.6 Pengaruh ukuran partikel piropilit terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan**

Piropilit dengan variasi ukuran partikel ukuran 0,629 mm; 0,164 mm; 0,111 mm; dan 0,051 mm dicampur dengan larutan sianida 10 ppm sebanyak 100,0 mL dalam erlenmeyer menggunakan pengocok elektrik kecepatan 200 rpm selama 60 menit. Selanjutnya disaring campuran tersebut dengan menggunakan kertas saring Whatman No.42. Filtrat ditampung dalam Erlenmeyer 250 mL, diukur pH filtrat dengan menggunakan pH meter. Kemudian filtrat diukur dengan metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II)

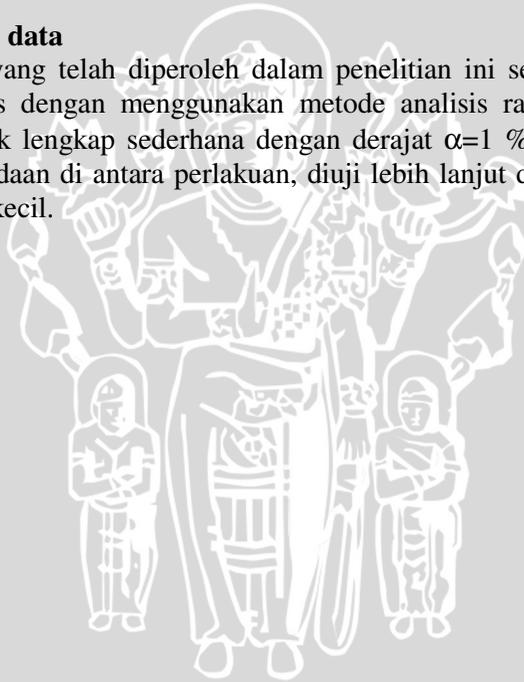
(Prosedur 3.4.7) untuk mengetahui konsentrasi sianida yang tidak teradsorpsi. Ukuran partikel piropilit yang dapat mengadsorpsi sianida tertinggi merupakan ukuran partikel piropilit optimum.

### **3.4.7 Penentuan konsentrasi sianida dalam filtrat (yang tidak teradsorpsi) menggunakan metode pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II)**

Diambil larutan sianida dalam filtrat sebanyak 5,0 mL, ditambah 5,0 mL larutan  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  0,004M lalu dihomogenkan, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum 267 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV. Dilakukan triplo.

### **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.



## **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 kemampuan adsorpsi piropilit. Padatan piropilit ditumbuk kemudian serbuk piropilit diayak sampai diperoleh piropilit dengan variasi ukuran partikel 0,629, 0,164, 0,111, dan 0,051 mm. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan serbuk piropilit dengan ukuran yang seragam sehingga tiap butiran piropilit mempunyai luas permukaan dan kemampuan yang sama dalam mengadsorpsi molekul yang nantinya akan dikontakkan. Selanjutnya serbuk piropilit dengan variasi ukuran tersebut dicuci dengan akuades, diukur pH piropilit dan didapatkan pH 4,3. Setelah itu serbuk piropilit dipanaskan pada oven dengan temperatur 105 °C yang bertujuan untuk menghilangkan molekul air yang terkandung pada piropilit setelah dilakukan pencucian. Homogenasi dilakukan agar penyebaran ukuran partikel merata sehingga pada waktu pengambilan yang berbeda distribusi ukuran partikel tetap sama.

Piropilit mampu mengadsorpsi ion sianida. Hal ini bisa terjadi karena mineral piropilit mempunyai pori-pori sehingga mampu mengadsorpsi ion yang memiliki jari-jari dengan ukuran yang lebih kecil dari ukuran pori piropilit. Sianida mempunyai jari-jari efektif 1,9 Å (Sharpe, 1992), sedangkan piropilit alam Nawangan Pacitan mempunyai jari-jari pori rata-rata 21,743 Å (Nindya, 2006) sehingga ion sianida dapat teradsorpsi secara fisik ke dalam pori-pori piropilit.

#### **4.2 Pengaruh Lama Pengocokan Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan**

Lama pengocokan merupakan waktu yang dibutuhkan oleh piropilit sebagai adsorben untuk berinteraksi dengan adsorbatnya yaitu sianida. Untuk mengetahui lama pengocokan optimum pada mineral piropilit yang telah dikontakkan dengan sianida 10 ppm, dilakukan dengan memvariasi lama pengocokan piropilit pada 15, 30, 45, 60, 75 dan 90 menit. Data hasil variasi lama pengocokan terdapat pada Tabel L.5.1 dan Gambar 5.

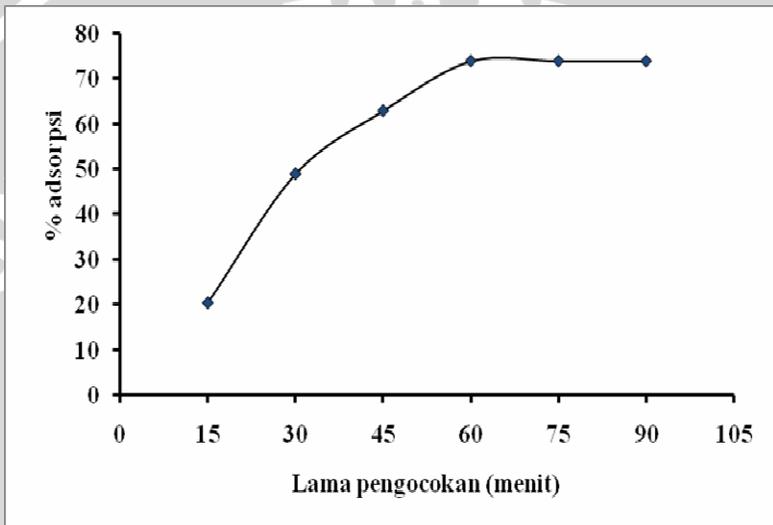
Berdasarkan Gambar 2 dapat dijelaskan bahwa pada  $\text{pH} > 4,2$  maka situs aktif piropilit terletak pada gugus  $-\text{OH}$  yang terikat pada permukaan lapisan oktahedral tepatnya pada situs  $\text{Al(III)}$ . Adanya situs asam Lewis inilah piropilit mampu meningkatkan interaksi atau daya tariknya dengan  $\text{CN}^-$  yang berasal dari adsorbat.

Menurut Oscik dan Copper (1982), molekul-molekul yang terdapat pada permukaan adsorben dikelilingi oleh molekul lain dengan cara yang tidak simetris, hal ini mengakibatkan gaya-gaya yang bekerja pada permukaan adsorben menjadi tidak seimbang. Ketidakeimbangan ini mengakibatkan molekul-molekul pada permukaan adsorben cenderung untuk menarik molekul lain, sehingga terjadi peristiwa adsorpsi. Nilai  $\text{pH}$  filtrat sebesar 12 menunjukkan bahwa pada saat proses adsorpsi, sianida berada dalam bentuk  $\text{CN}^-$ , sedangkan piropilit memiliki situs  $-\text{OH}$  yang terikat pada  $\text{Al}$ , sehingga sianida dapat teradsorpsi dalam pori-pori piropilit. Bagian positif dari gugus  $-\text{OH}$  akan menarik  $\text{CN}^-$  yang bermuatan negatif, dengan adanya gaya tarik tersebut menyebabkan  $\text{CN}^-$  dapat masuk dan tertahan di dalam pori-pori piropilit. Gaya tarik tersebut merupakan antaraksi antara dwikutub-dwikutub yang akan menghasilkan energi orientasi yang bersifat tarik-menarik sehingga menghasilkan ikatan hidrogen yang dapat menahan  $\text{CN}^-$  di dalam rongga pori piropilit.

Dari kurva pada Gambar 5 terlihat bahwa peningkatan lama pengocokan dari 15 menit ke 60 menit menyebabkan peningkatan persen adsorpsi. Hal ini dikarenakan bahwa semakin lama pengocokan maka kontak antara sianida dengan piropilit semakin meningkat, sehingga sianida dapat masuk ke rongga piropilit, dengan demikian proses adsorpsi sianida pada piropilit terjadi secara lebih mudah. Namun setelah 60 menit, peningkatan lama pengocokan tidak meningkatkan kemampuan adsorpsi, sehingga menunjukkan kemampuan adsorpsi yang konstan. Hal ini terjadi karena pada lama pengocokan 60 menit adsorpsi sianida mencapai kesetimbangan, artinya pada saat lama pengocokan 60 menit telah terjadi kesetimbangan adsorpsi antara konsentrasi adsorbat yang berada pada fasa ruah dengan konsentrasi adsorbat yang teradsorpsi pada mineral.

Perhitungan data pada Tabel L.5.1 menunjukkan bahwa nilai kemampuan adsorpsi meningkat seiring dengan semakin lamanya pengocokan yaitu dari 0,8980 mg/g (pada lama pengocokan 45

menit) sampai 1,0547 mg/g (pada lama pengocokan 60 menit) dengan persen adsorpsi sebesar 73,89 %. Hal ini dapat diketahui dari menurunnya konsentrasi  $CN^-$  dalam filtrat yang tidak teradsorpsi yang diukur dengan metode spektrofotometri UV berdasarkan pembentukan kompleks tetrasianonikelat (II). Semakin kecil konsentrasi sianida dalam filtrat (yang tidak teradsorpsi) maka konsentrasi sianida yang teradsorpsi pada piropilit semakin besar.



Gambar 5 Grafik hubungan antara lama pengocokan dengan persen adsorpsi piropilit menggunakan sianida

Berdasarkan uji statistik varian satu arah didapatkan bahwa pada  $\alpha=1\%$ ,  $F_{hitung} > F_{tabel}$  (Tabel L.8.2) berarti ada pengaruh konsentrasi sianida pada proses penentuan nilai kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Uji BNT dengan tingkat kesalahan 1% menunjukkan hasil berbeda nyata untuk lama pengocokan 15, 30, 45, dan 60 menit. Sedangkan lama pengocokan 60 menit dengan lama pengocokan 75 dan 90 menit menunjukkan tidak berbeda nyata. Sehingga setelah lama pengocokan 60 menit (60 sampai 90 menit) pada Gambar 4.1 menunjukkan konstan.

### **4.3 Pengaruh Konsentrasi Sianida Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan**

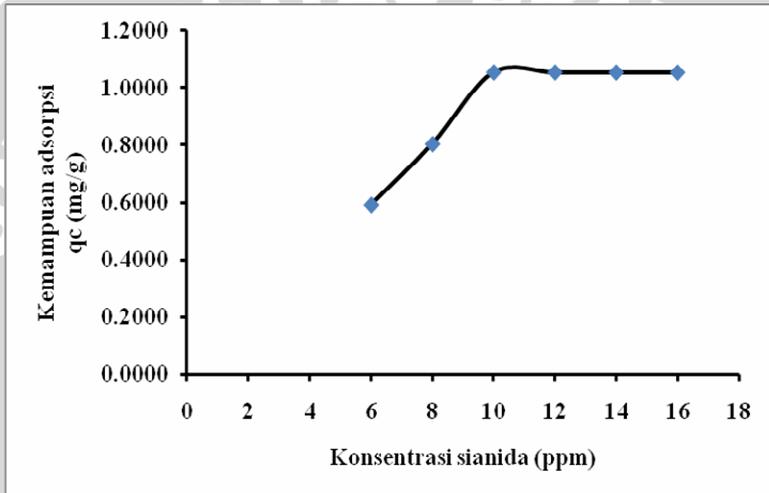
Sianida yang diadsorpsi ke dalam piropilit juga dipengaruhi oleh konsentrasi sianida. Untuk memperoleh konsentrasi sianida optimum dapat dilakukan dengan memvariasi konsentrasi sianida yang bertujuan untuk menghasilkan nilai kemampuan adsorpsi yang optimum. Data hasil variasi konsentrasi sianida tersaji pada Tabel L.8.1 dan Gambar 4.3.1.

Berdasarkan data pada Tabel L.9.1 tampak bahwa nilai kemampuan adsorpsi sianida pada mineral piropilit pada konsentrasi 6-10 ppm meningkat tajam. Pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu sisi aktif yang sebanding dengan luas permukaan adsorben. Pada saat sisi aktif adsorben belum jenuh oleh adsorbat, peningkatan konsentrasi adsorbat akan meningkatkan jumlah adsorbat yang teradsorpsi (Oscik dan Copper, 1982) sehingga semakin besar konsentrasi  $CN^-$  maka jumlah  $CN^-$  teradsorpsi semakin meningkat. Hal ini didukung dengan uji BNT dengan tingkat kesalahan 1 % yang menunjukkan hasil beda nyata pada konsentrasi sianida 6, 8, dan 10 ppm. Hal ini juga dapat diketahui dari menurunnya konsentrasi sianida pada filtrat yang tidak teradsorpsi. Semakin kecil konsentrasi sianida dalam filtrat yang tidak teradsorpsi maka semakin besar konsentrasi sianida yang teradsorpsi oleh piropilit. Adsorpsi akan tetap jika terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan (Sawyer dan McCarty, 1987).

Dari kurva pada Gambar 6 terlihat bahwa pada konsentrasi sianida 10 ppm, kemampuan adsorpsi mencapai kesetimbangan dengan menghasilkan kemampuan adsorpsi sebesar 1,0546 mg/g dan persen adsorpsi 73,90 %. Namun pada konsentrasi setelah 10 ppm menunjukkan konstan karena kemampuan adsorpsi telah mencapai kesetimbangan. Sedangkan konsentrasi sianida 10 ppm dengan konsentrasi sianida 12, 14, dan 16 ppm menunjukkan tidak berbeda nyata, sehingga setelah konsentrasi sianida 10 ppm, pada Gambar 6 menunjukkan konstan.

Peningkatan nilai kemampuan adsorpsi piropilit juga didukung dengan data konsentrasi sianida awal dengan kemampuan adsorpsi. Kemampuan adsorpsi piropilit dapat dilihat pada Tabel 3.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah didapatkan bahwa pada  $\alpha=1\%$ ,  $F_{hitung} > F_{tabel}$  berarti ada pengaruh konsentrasi sianida pada proses penentuan nilai kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Hal ini berarti bahwa pada setiap perbedaan perlakuan yang diberikan yaitu variasi konsentrasi sianida akan menyebabkan perbedaan nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida dengan kesalahan sebesar  $1\%$ .



Gambar 6 Grafik hubungan antara konsentrasi sianida dengan nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida

**Tabel 1 Konsentrasi sianida dan kemampuan adsorpsi piropilit**

Konsentrasi sianida awal (ppm)	Kemampuan adsorpsi piropilit (mg/g)
6	0,2463
8	0,7203
10	1,0549
12	1,0547
14	1,0545
16	1,0543

#### **4.4 Pengaruh Ukuran Partikel Piropilit Terhadap Kemampuan Adsorpsi Piropilit Alam Nawangan Pacitan**

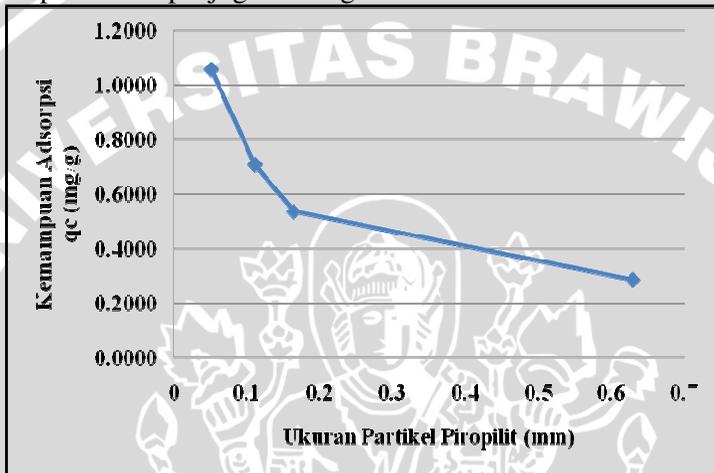
Untuk memperoleh ukuran partikel optimum mineral piropilit yang telah dikontakkan dengan larutan sianida 10 ppm dapat dilakukan dengan memvariasi ukuran partikel piropilit yang bertujuan untuk menghasilkan nilai kemampuan adsorpsi yang optimum. Data hasil variasi ukuran partikel mineral piropilit tersaji pada Tabel L.7.1 dan Gambar 7.

Berdasarkan data pada Gambar 7 tampak bahwa nilai kemampuan adsorpsi sianida pada mineral piropilit meningkat seiring dengan semakin kecilnya ukuran partikel piropilit yaitu dari 0,2866 mg/gram (pada ukuran partikel 0,629 mm sampai 1,0553 mg/gram (pada ukuran partikel 0,051 mm dengan persen adsorpsi sebesar 73,93 %. Semakin kecil ukuran partikel maka luas permukaan mineral dapat meningkat (Kelley and Jenny, 1936). Luas permukaan adsorben dapat dinyatakan sebagai luas persatuan massa adsorben ( $m^2/g$ ). Luas permukaan adsorben akan berpengaruh untuk tersedianya tempat adsorpsi. Adsorpsi merupakan suatu peristiwa penyerapan yang terjadi dipermukaan sehingga besarnya adsorpsi sebanding dengan luas permukaan spesifik, yaitu bagian luas permukaan total yang tersedia untuk adsorpsi. Makin besar luas permukaan maka makin besar pula adsorpsi terjadi dan semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak adsorbat yang terserap (Weber, 1972). Sehingga semakin kecil ukuran piropilit maka dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi piropilit untuk mengadsorpsi sianida. Hal ini juga dapat diketahui dari menurunnya konsentrasi sianida pada filtrat yang tidak teradsorpsi.

Pada penelitian ini, nilai kemampuan adsorpsi dengan ukuran partikel 0,051 mm pada lama pengocokan selama 60 menit adalah sebesar 1,0553 g/gram yang berarti bahwa piropilit dengan massa sebesar 1 gram dapat mengadsorpsi sianida sebesar 1,0553 mg. Persen adsorpsi yang didapatkan sebesar 73,93 % lebih kecil jika dibandingkan dengan persen adsorpsi yang didapatkan dari penelitian yang dilakukan oleh Saxena, dkk, yaitu sebesar 99 % dengan ukuran partikel piropilit 45-75  $\mu$ , massa piropilit 0,7 gram dan konsentrasi sianida 10 ppm.

Berdasarkan kurva pada Gambar 7 tampak bahwa nilai kemampuan adsorpsi piropilit maksimum terletak pada mineral piropilit dengan ukuran 0,051 mm. Hal ini dapat dijelaskan bahwa

semakin kecil ukuran partikel dari suatu padatan, maka akan meningkatkan luas permukaan padatan sehingga banyak ruang dalam piropilit yang mampu mengadsorpsi  $\text{CN}^-$ . Setelah piropilit dikontakkan dengan larutan sianida pada konsentrasi 10 ppm maka semakin banyak pula jumlah anion  $\text{CN}^-$  yang masuk ke dalam piropilit dan mengalami proses adsorpsi yang berakibat pada nilai kemampuan adsorpsi juga meningkat.



Gambar 7 Grafik hubungan antara ukuran partikel piropilit dengan nilai kemampuan adsorpsi piropilit

Peningkatan nilai kemampuan adsorpsi piropilit juga didukung dengan data konsentrasi sianida dari filtrat setelah terjadi proses pengontakkan piropilit dengan larutan sianida 10 ppm. Konsentrasi sianida pada filtrat (yang tidak teradsorpsi) setelah dikontakkan dapat dilihat pada Tabel 4

Berdasarkan data pada Tabel 4 dapat diketahui bahwa setelah dilakukan proses pengontakkan dengan larutan sianida 10 ppm, diperoleh konsentrasi sianida dalam filtrat (yang tidak teradsorpsi). Penurunan nilai konsentrasi sianida pada filtrat (yang tidak teradsorpsi) mengindikasikan bahwa telah terjadi adsorpsi ion  $\text{CN}^-$  pada permukaan piropilit yang dikontakkan.

**Tabel 2 Konsentrasi sianida pada filtrat (yang tidak teradsorpsi)**

Ukuran Partikel (mm)	Konsentrasi sianida awal (ppm)	Konsentrasi sianida dalam filtrat (ppm)
0,629	10	7,9924
0,164	10	6,2514
0,111	10	5,0438
0,051	10	2,6067

Semakin kecil ukuran partikel piropilit, maka semakin besar luas permukaannya sehingga meningkatkan jumlah rongga yang tersedia untuk mengadsorpsi anion  $\text{CN}^-$ . Besarnya luas permukaan piropilit mengakibatkan semakin mudah ion  $\text{CN}^-$  untuk teradsorpsi dari piropilit. Jika ukuran terlalu kecil (lebih kecil dari ukuran 0,051 mm) maka kemungkinan terjadinya adsorpsi masih ada namun berlangsung diikuti dengan desorpsi karena luas permukaan eksternal langsung berfungsi sebagai luas permukaan internal, sehingga tidak ada bedanya antara permukaan internal dan eksternal. Konsentrasi sianida teradsorpsi yang maksimum (konsentrasi sianida pada filtrat yang minimum) terletak pada ukuran partikel 0,051 mm.

Berdasarkan uji statistik varian satu arah didapatkan bahwa pada  $\alpha=1\%$ ,  $F_{hitung} > F_{tabel}$  berarti ada pengaruh ukuran partikel pada proses penentuan nilai kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Hal ini berarti bahwa pada setiap perlakuan variasi ukuran partikel akan menyebabkan perbedaan nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida dengan kesalahan sebesar 1 %.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa lama pengocokan, konsentrasi sianida dan ukuran partikel piropilit berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan.

1. Kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan meningkat dengan semakin lamanya pengocokan, meningkatnya konsentrasi, dan kecilnya ukuran partikel sampai mencapai kesetimbangan.
2. Lama pengocokan optimum dicapai pada 60 menit dengan kemampuan adsorpsi sebesar 1,0547 mg/gram, konsentrasi sianida optimum dicapai pada 10 ppm dengan kemampuan adsorpsi sebesar 1,0549 mg/gram, dan ukuran partikel piropilit maksimum dicapai pada ukuran 0,051 mm dengan kemampuan adsorpsi sebesar 1,0553 mg/gram.

#### **5.2 Saran**

Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh pH, ukuran partikel yang lebih kecil serta perlakuan aktivasi piropilit sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsi mineral piropilit alam Nawangan Pacitan dalam aplikasinya sebagai adsorben sianida.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1996, Memperkenalkan Bahan Galian Golongan C di Jawa Timur : Piroplit, Dinas Pertambangan Daerah Propinsi Jawa Timur
- Anonim, 2007, Sekilas Pacitan, <http://krist19.wordpress.com/sekilas-pacitan/>, tanggal akses : 2 Desember 2007
- Barnes DE., Wright PJ., Graham SM., John-Watson, 1999, Techniques for the Determination of Cyanide in a Process Environment: A Review, *Geostandards Newsletter : The Journal of Geostandards and Geoanalysis*, pp. 183-190.
- Bearat, H., Mc Kelvy, M. J., Chizmeshya, A. V. G., Sharma, R., dan Carpenter, R. W., 2002, Magnesium Hydroxide Dehydroxilation Carbonation Reaction Proseses; Implication for Carbon Dioxide Mineral Sequestration, *Ceramic. soc. Am. Journal.*, 85 : 742-748
- Bernasconi, G., 1995, Teknologi Kimia, bagian 2, cetakan 1, Alih bahasa Lienda Hanjoyo, PT.Pradnya Paramita, Jakarta, hal 204-206.
- 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
- Deer, W.A., R.A. Hawie and J. Zussman, J. 1992, An Introduction To The Rock-forming Minerals, Second Edition., Pearson Prentice Hall, Harlow, England, hal.46-50.
- Dorfner, K., 1991, Ion Exchanger, Walter de Gruyter & Co., Berlin, pp. 496-504
- Ford-Smith, M.H., 1964, The Chemistry of Complex Cyanides : A Literature Survey, London, p.56-58

- Fyre, K. 1991 *The Encyclopedia of Mineralogy* : IVB. Hutchinson Ross Publishing Company. United State of America. hal. 430 dan 706.
- Hassler, J.W., 1963, *Activated Carbon*, Chemical Publishing Company, New York, pp. 174-176
- 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
- Kennedy, J.H., 1984, *Analytical Chemistry*, Harcourt Brace, Javanovich Publisher, San Diego, p.289
- Keren, R., Gross, P. R., dan Sparks, D. L., 1994, *Equilibrium and Kinetics of Borate Adsorption-Desorption on Pyrophyllite in Aqueous Suspensions*, *Soil. Sci. soc. Am. Journal.*, 58 : 1116-1122
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Penerjemah Saptohardjo.A., UI-Press, Jakarta, hlm.215
- Larry., D.B., Judkins, J. F., dan Weand, B.L., 1982, *Proses Chemistry for Water and Waste Water Treatment*, Prentice-Hall, Inc. New Jersey, pp 202-206
- Moran, R.E., 1998, *Cyanide in Mining : Some Observations on the Chemistry, Toxicity, and Analysis of Mining-Related Waters*, *Hydrogeology*, *Journal of the American Chemical Society*, vol. 15, p.29-31
- Nindya, F., Mutrofin, S., dan Setianingsih, T., 2006, *Karakterisasi Pirofilit Alam Nawangan Pacitan Jawa Timur*, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- Oscik, J. dan Copper, I. I., 1982, *Adsorption*, John Wiley and Sons, New York, pp.109-111

- Parker, S.P., 1984, Encyclopedia of Science and Technology, c.Graw Hill Book Company, New York, pp.24
- Powell, D., 1998, Pyrophyllite, <http://www.mii.org/minerals/phototalc.html>, diakses 4 Agustus 2005
- Sastrohamidjojo, H., 1992, Spektroskopi Inframerah, cetakan pertama, Liberty, Yogyakarta, hal. 14 – 15.
- Sawyer, C.N. dan Mc. Carty, P. L., 1987, Chemistry for Engineering, 3<sup>rd</sup> ed, Mc. Graw Hill, Kogakusha Ltd, Tokyo, pp. 12, 173
- Saxena, S., Prasad, M., Amritphale, S.S., dan Chandra, N., 2001, Adsorption Of Cyanide From Aqueous Solutions At Pyrophyllite Surface, Sep. pur. tec. Journal., 24 : 263-270
- Scoggins, M.W., 1972, Ultraviolet Spectrophotometric Determination of Cyanide Ion, Anal. Chim. Acta, vol.44, p.1294
- Sembiring, M.T., dan Sinaga, T.S., 2003. Arang Aktif (Pengenalan Dan Proses Pembuatannya), Jurnal., 7-8
- Sharpe, A.G., 1992, Inorganic Chemistry, 3<sup>th</sup> Edition, Longman Singapore Publisher, Singapore
- Silverstein, R.M., Basler, G.C dan Morri T.C., 1974, Spectroscopic Identification of Organic Chemistry, John Wiley and Sons, Inc., California, p.308-309
- Sukardjo, 1985, Ikatan kimia, Edisi Kedua, Penerbit Rineka Cipta, Yogyakarta, hal.34
- Sukardjo, 1990, Kimia Anorganik. Penerbit Rineka Cipta, Jakarta
- Sulistiyarti, H., Cardwell, T.J., dan Kolev, S.D., 1997, Determination of Cyanide as Tetracyaninikelat(II) by Flow Injections and Ultraviolet (UV) Spectrophotometric Detection, Anal. Chim. Acta, vol.357, p.103

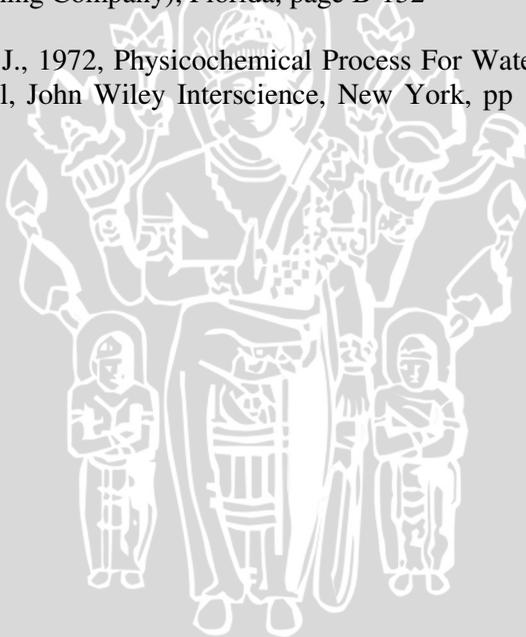
Tan, K. H., 1991, Dasar-dasar Kimia Tanah.UGM Press, Yogyakarta, hal. 23-27

Vogel, A.I., 1979, Textbook of Macro and Semimikro Qualitative Inorganik Anaysis, Edisi Ke lima, Penerjemah: A.H Pudjatmaka, Kalman Media Pustaka, Jakarta, hal 333-335.

V.K. Sharma, 1998, Ferrate (VI) Oxidation of Aqueous Cyanide, Environ, Scitechnol, India, 2608-2613

Weast, Robert C, dan Astle, Melvin J, 1982, Hand Book of Chemistry and Physics 63<sup>rd</sup> Edition, CRD (Chemical Rubber Publishing Company), Florida, page B-132

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



## LAMPIRAN 1 PEMBUATAN LARUTAN

### 1. Larutan stok sianida 500 ppm

Ditimbang 1,251 gram KCN, dilarutkan dengan sedikit NaOH. Larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan larutan NaOH 0,01M sampai tanda batas.

### 2. Larutan sianida 20 ppm

Diambil 40 mL KCN 500 ppm, dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL, kemudian diencerkan dengan NaOH 0,01M sampai tanda batas.

### 3. Larutan sianida 10 ppm

Diambil 50,0 mL KCN 20 ppm, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan NaOH 0,01M sampai tanda batas.

### 4. Larutan Ni(II) 0,004M dalam buffer ammonia pH 9,2

Dibuat dengan mencampurkan 10,7 gram  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 13,7 mL ammonia 25 % dan 0,9508 gram  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  lalu dilarutkan dan dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### 5. Larutan NaOH 1M

Ditimbang 4 gram padatan NaOH, kemudian dilarutkan dengan aquades dalam beaker gelas. Larutan dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.

### 6. Larutan NaOH 0,01M

Diambil 10,0 mL larutan NaOH 1M, dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL, kemudian diencerkan dengan NaOH 0,01M sampai tanda batas.

## LAMPIRAN 2 PERHITUNGAN

### L.4.1. Larutan sianida 500 ppm

$$ppm = \frac{mg}{L}$$

$$500 ppm = \frac{wCN^-}{1L}$$

$$\begin{aligned} W CN^- &= 500 \text{ mg} \\ &= 0,5 \text{ gram} \end{aligned}$$

maka, berat KCN adalah :

$$\begin{aligned} w KCN &= \frac{MrKCN}{ArCN} \times wCN^- \\ &= \frac{65,12 \text{ g/mol}}{26,02 \text{ g/mol}} \times 0,5g \\ &= 1,2513 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Untuk membuat 1000 mL larutan sianida 20 ppm dari larutan sianida 500 ppm maka :

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 500 \text{ M} &= 1000 \text{ mL} \times 20 \text{ ppm} \\ V_1 &= 40 \text{ mL} \end{aligned}$$

Keterangan:

$$\begin{aligned} V_1 &= \text{Volume larutan induk sianida (mL)} \\ C_1 &= \text{Konsentrasi larutan induk sianida (ppm)} \\ V_2 &= \text{Volume total larutan (mL)} \\ C_2 &= \text{Konsentrasi larutan akhir (ppm)} \end{aligned}$$

- Untuk membuat 100 mL Larutan sianida 10 ppm dari larutan sianida 20 ppm maka :

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 20 \text{ ppm} &= 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm} \\ V_1 &= 50 \text{ mL} \end{aligned}$$

**Tabel L.2.1 Pengenceran larutan sianida konsentrasi 4–16 ppm dari larutan sianida 20 ppm**

NO	C <sub>1</sub> (ppm)	V <sub>1</sub> (mL)	C <sub>2</sub> (ppm)	V <sub>2</sub> (mL)
1	20	5	4	25
2	20	7.5	6	25
3	20	10	8	25
4	20	12.5	10	25
5	20	15	12	25
6	20	17.5	14	25
7	20	20	16	25

### L.2.2. Larutan NaOH 1M

$$\text{mol NaOH} = \frac{1 \text{ mol}}{L} \times 0,1L$$

$$\text{mol NaOH} = 0,1 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{massa NaOH} &= \text{mol} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

### L.2.3. Larutan NaOH 0,01M

Untuk membuat 1000 mL larutan NaOH 0,01M dari larutan NaOH 1M maka :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 0,01\text{M}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Keterangan:

V<sub>1</sub> = Volume larutan NaOH 1M (mL)

C<sub>1</sub> = Konsentrasi larutan NaOH 1M

V<sub>2</sub> = Volume total larutan (mL)

C<sub>2</sub> = Konsentrasi larutan NaOH 0,01M

#### L.2.4. Larutan Ni(II) 0,004M dalam buffer ammonia pH 9,2

$$M = \frac{\text{mol}}{L}$$

$$0,004 \text{ mol} / L = \frac{\text{mol Ni(II)}}{1L}$$

$$\text{mol Ni(II)} = 0,004 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{mol NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,004 \text{ mol} \times 237,704 \text{ gram/mol} \\ &= 0,9508 \text{ gram} \end{aligned}$$

Stok buffer ammonia pH 9,2 1M

$$\text{pH} = 14 - \text{pKb} - \log \frac{C_g}{C_b}$$

$$9,2 = 14 - 4,76 - \log \frac{C_g}{C_b}$$

Dibutuhkan 0,2M  $\text{NH}_4\text{Cl}$  maka:

$$9,2 = 9,24 - \log \frac{0,2}{C_b}$$

$$9,2 = 9,24 - \log 0,2 + \log C_b$$

$$9,2 = 9,24 - (-0,699) + \log C_b$$

$$9,2 = 9,939 + \log C_b$$

$$-\log C_b = 0,739$$

$$C_b = 0,1824$$

$\text{NH}_3$  (bj= 0,91 g/mL; K=25%)

$$\begin{aligned} \text{Tiap 1L berat NH}_3 &= 1000\text{mL} \times 0,91 \text{ g/mL} \times 25\% \\ &= 227,5 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Konsentrasi NH}_3 = \frac{\text{mol NH}_3}{1\text{L}}$$

$$= \frac{w\text{NH}_3 / \text{MrNH}_3}{1\text{L}}$$

$$= \frac{227,5\text{g}}{(17,034\text{g/mol}) \times 1\text{L}}$$

$$[\text{NH}_3] = 13,3556\text{ M}$$

Volume  $\text{NH}_3$  yang dibutuhkan untuk membuat 1L buffer:

$$0,1824\text{M} \times 1000\text{mL} = 13,3556\text{M} \times V$$

$$V = 13,6572\text{ mL}$$

Massa  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang dibutuhkan:

$$m\text{NH}_4\text{Cl} = M \text{NH}_4\text{Cl} \times V \times \text{Mr}$$

$$= 0,2\text{ mol/L} \times 1\text{L} \times 53,492\text{ g/mol}$$

$$= 10,698\text{ g}$$

$$\text{pH} = 14 - 4,76 - \log \frac{0,2}{0,1824}$$

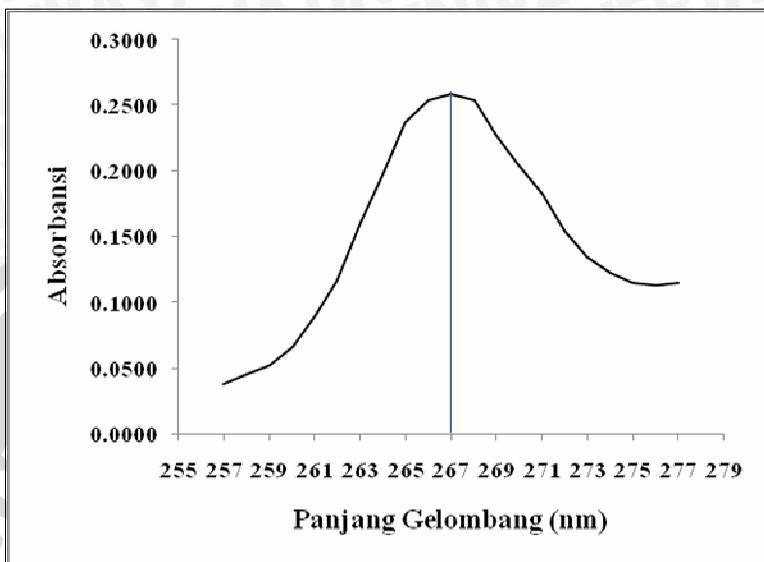
$$= 14 - 4,76 - 0,04$$

$$= 9,2$$

### LAMPIRAN 3 PENENTUAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM

Tabel L.3.1 Data Absorbansi dari Senyawa  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$  pada  $\lambda = 257-277 \text{ nm}$

$\lambda$ (nm)	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_{\text{rata-rata}}$
257	0.0363	0.0391	0.0371	0.0375
258	0.0456	0.0444	0.0464	0.0455
259	0.0514	0.0522	0.0522	0.0519
260	0.0656	0.0654	0.0664	0.0658
261	0.0884	0.0902	0.0892	0.0893
262	0.1153	0.1177	0.1161	0.1164
263	0.1552	0.1706	0.1560	0.1606
264	0.1979	0.1966	0.1987	0.1977
265	0.2335	0.2423	0.2343	0.2367
266	0.2551	0.2498	0.2559	0.2536
267	0.2584	0.2573	0.2592	0.2583
268	0.2536	0.2546	0.2544	0.2542
269	0.2238	0.2322	0.2246	0.2269
270	0.2001	0.2111	0.2009	0.2040
271	0.1835	0.1794	0.1843	0.1824
272	0.1567	0.1497	0.1575	0.1546
273	0.1369	0.1299	0.1377	0.1348
274	0.1230	0.1198	0.1238	0.1222
275	0.1147	0.1143	0.1155	0.1148
276	0.1128	0.1123	0.1136	0.1129
277	0.1181	0.1089	0.1189	0.1153



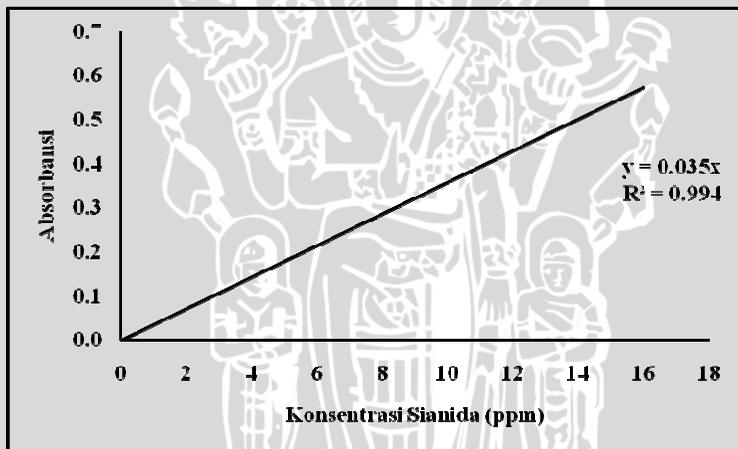
Gambar L.3.1 Grafik absorbansi senyawa  $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$  pada variasi panjang gelombang



## LAMPIRAN 4 PEMBUATAN KURVA BAKU SIANIDA

Tabel L.4.1 Hasil Pengukuran Absorbansi dari Berbagai Konsentrasi Sianida

X (mg/L)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	Rata-rata Absorbansi	SD
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
4	0,1123	0,1121	0,1124	0,1123	0,0002
6	0,1941	0,1941	0,1942	0,1941	0,0001
8	0,2968	0,2969	0,2969	0,2969	0,0001
10	0,3539	0,3538	0,3539	0,3539	0,0001
12	0,4310	0,4311	0,4313	0,4311	0,0002
14	0,5108	0,5108	0,5109	0,5108	0,0001
16	0,5721	0,5721	0,5722	0,5721	0,0001



Gambar L.4.1 Kurva baku sianida pada  $\lambda_{\text{maks}} = 267 \text{ nm}$

## LAMPIRAN 5

### UJI LAMA PENGOCOKAN OPTIMUM TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN MENGGUNAKAN SIANIDA

**Tabel L.5.1 Data total pada uji lama pengocokan optimum terhadap kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida**

Lama pengocokan (menit)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>rata-rata</sub>	C <sub>s</sub> (1)	C <sub>s</sub> (2)	C <sub>s</sub> (3)	C <sub>s rata-rata</sub>
15	0.2783	0.2783	0.2784	0.2783	7.9514	7.9514	7.9543	7.9524
30	0.1786	0.1786	0.1786	0.1786	5.1029	5.1029	5.1029	5.1029
45	0.1298	0.1298	0.1298	0.1298	3.7086	3.7086	3.7086	3.7086
60	0.0913	0.0914	0.0914	0.0914	2.6086	2.6114	2.6114	2.6105
75	0.0914	0.0914	0.0915	0.0914	2.6114	2.6114	2.6143	2.6124
90	0.0914	0.0915	0.0915	0.0915	2.6114	2.6143	2.6143	2.6133

Lama pengocokan (menit)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (1)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (2)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (3)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> rata-rata	qc (1)	qc (2)	qc (3)	qc rata-rata	% teradsorpsi (1)	% teradsorpsi (2)	% teradsorpsi (3)	% teradsorpsi rata-rata
15	2.0486	2.0486	2.0457	2.0476	0.2924	0.2924	0.2920	0.2923	20.4857	20.4857	20.4571	20.4762
30	4.8971	4.8971	4.8971	4.8971	0.6990	0.6990	0.6990	0.6990	48.9714	48.9714	48.9714	48.9714
45	6.2914	6.2914	6.2914	6.2914	0.8980	0.8980	0.8980	0.8980	62.9143	62.9143	62.9143	62.9143
60	7.3914	7.3886	7.3886	7.3895	1.0550	1.0546	1.0546	1.0547	73.9143	73.8857	73.8857	73.8952
75	7.3886	7.3886	7.3857	7.3876	1.0546	1.0546	1.0542	1.0545	73.8857	73.8857	73.8571	73.8762
90	7.3886	7.3857	7.3857	7.3867	1.0546	1.0542	1.0542	1.0543	73.8857	73.8571	73.8571	73.8667

Contoh perhitungan untuk mendapatkan nilai kemampuan adsorpsi adalah :

Persamaan linier pada kurva standar  $y = 0,035x$

Dimana  $x$  = konsentrasi  $\text{CN}^-$  pada saat pengukuran (ppm)

$y$  = absorbansi

Diketahui : Volume larutan = 0,1 L  
Berat adsorben = 0,7006 g  
Konsentrasi  $\text{CN}^-$  awal ( $C_0$ ) = 10 ppm  
Absorbansi = 0,2783  
Faktor pengenceran (fp) =  $\frac{5\text{mL}}{5\text{mL}} = 1$

Konsentrasi  $\text{CN}^-$  akhir ( $C_s$ ) berdasarkan kurva standar :

$$x = \frac{y}{0,035} = \frac{0,2783}{0,035} = 7,9514$$

$$C_s = x \cdot \text{fp} \\ = 7,9514 \times 1 = 7,9514 \text{ ppm}$$

Konsentrasi  $\text{CN}^-$  yang teradsorpsi :

$$C_0 - C_s = 10 - 7,9514 \\ = 2,0486 \text{ ppm}$$

Maka nilai kemampuan adsorpsi :

$$q_c = \frac{(C_0 - C_s) \cdot xV}{W} \\ = \frac{(10 \text{ ppm} - 7,9514 \text{ ppm}) \cdot 0,1\text{L}}{0,7006 \text{ g}} \\ = 0,2924 \text{ mg/g}$$

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{2,0486 \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}} \times 100\% = 20,49 \%$$

Dengan cara yang sama dihitung nilai kemampuan adsorpsi piropilit untuk variasi konsentrasi sianida dan ukuran partikel piropilit pada Tabel L.4.1, L.5.1 dan L.6.1

## LAMPIRAN 6

### UJI KONSENTRASI SIANIDA OPTIMUM TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN MENGGUNAKAN SIANIDA

**Tabel L.6.1 Data total pada uji konsentrasi sianida optimum terhadap kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida**

[CN <sup>-</sup> ]	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>rata-rata</sub>	C <sub>s</sub> (1)	C <sub>s</sub> (2)	C <sub>s</sub> (3)	C <sub>s rata-rata</sub>
6	0.0647	0.0647	0.0647	0.0647	1.8486	1.8486	1.8486	1.8486
8	0.0794	0.0794	0.0894	0.0827	2.2686	2.2686	2.5543	2.3638
10	0.0913	0.0913	0.0914	0.0913	2.6086	2.6086	2.6114	2.6095
12	0.1613	0.1615	0.1613	0.1614	4.6086	4.6143	4.6086	4.6105
14	0.2315	0.2314	0.2314	0.2314	6.6143	6.6114	6.6114	6.6124
16	0.3014	0.3016	0.3014	0.3015	8.6114	8.6171	8.6114	8.6133

[CN <sup>-</sup> ]	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (1)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (2)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (3)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> rata-rata	qc (1)	qc (2)	qc (3)	qc rata-rata	% teradsorpsi (1)	% teradsorpsi (2)	% teradsorpsi (3)	% teradsorpsi rata-rata
6	4.1514	4.1514	4.1514	4.1514	0.5926	0.5926	0.5926	0.5926	69.1905	69.1905	69.1905	69.1905
8	5.7314	5.7314	5.4457	5.6362	0.8181	0.8181	0.7773	0.8045	71.6429	71.6429	68.0714	70.4524
10	7.3914	7.3914	7.3886	7.3905	1.0550	1.0550	1.0546	1.0549	73.9143	73.9143	73.8857	73.9048
12	7.3914	7.3857	7.3914	7.3895	1.0550	1.0542	1.0550	1.0547	61.5952	61.5476	61.5952	61.5794
14	7.3857	7.3886	7.3886	7.3876	1.0542	1.0546	1.0546	1.0545	52.7551	52.7755	52.7755	52.7687
16	7.3886	7.3829	7.3886	7.3867	1.0546	1.0538	1.0546	1.0543	46.1786	46.1429	46.1786	46.1667

## LAMPIRAN 7

### UJI UKURAN PARTIKEL PIROPILIT OPTIMUM TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI PIROPILIT ALAM NAWANGAN PACITAN MENGGUNAKAN SIANIDA

**Tabel L.7.1 Data total pada uji ukuran partikel piropilit optimum terhadap kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida**

Ukuran (mm)	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>rata-rata</sub>	C <sub>s</sub> (1)	C <sub>s</sub> (2)	C <sub>s</sub> (3)	C <sub>s rata-rata</sub>
0,629	0.2798	0.2798	0.2796	0.2797	7.9943	7.9943	7.9886	7.9924
0,164	0.2189	0.2187	0.2188	0.2188	6.2543	6.2486	6.2514	6.2514
0,111	0.1766	0.1765	0.1765	0.1765	5.0457	5.0429	5.0429	5.0438
0,051	0.0913	0.0912	0.0912	0.0912	2.6086	2.6057	2.6057	2.6067

Ukuran (mm)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (1)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (2)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> (3)	C <sub>0</sub> -C <sub>s</sub> rata-rata	qc (1)	qc (2)	qc (3)	qc rata-rata	% teradsorpsi (1)	% teradsorpsi (2)	% teradsorpsi (3)	% teradsorpsi rata-rata
0,629	2.0057	2.0057	2.0114	2.0076	0.2863	0.2863	0.2871	0.2866	20.0571	20.0571	20.1143	20.0762
0,164	3.7457	3.7514	3.7486	3.7486	0.5346	0.5355	0.5351	0.5351	37.4571	37.5143	37.4857	37.4857
0,111	4.9543	4.9571	4.9571	4.9562	0.7071	0.7076	0.7076	0.7074	49.5429	49.5714	49.5714	49.5619
0,051	7.3914	7.3943	7.3943	7.3933	1.0550	1.0554	1.0554	1.0553	73.9143	73.9429	73.9429	73.9333

## LAMPIRAN 8

### UJI STATISTIK PENENTUAN NILAI KEMAMPUAN ADSORPSI PIROPILIT MENGGUNAKAN SIANIDA

**Tabel L.8.1 Hasil penentuan nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi lama pengocokan**

Lama pengocokan (menit)	Kemampuan adsorpsi			qc	qc total (mg/g)
	qc (mg/g) (1)	qc (mg/g) (2)	qc (mg/g) (3)	rata-rata (mg/g)	
15	0.2924	0.2924	0.2920	0.2923	0.8768
30	0.6990	0.6990	0.6990	0.6990	2.0970
45	0.8980	0.8980	0.8980	0.8980	2.6940
<b>60</b>	<b>1.0550</b>	<b>1.0546</b>	<b>1.0546</b>	<b>1.0547</b>	<b>3.1642</b>
75	1.0546	1.0546	1.0542	1.0545	3.1634
90	1.0546	1.0542	1.0542	1.0543	3.1630
	<b>Jumlah</b>			<b>5.0528</b>	<b>15.1584</b>

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh variasi lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit, maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{pxn} \\
 &= \frac{(15,1584)^2}{6 \times 3} \\
 &= 12,765453925
 \end{aligned}$$

## 2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

### a. Jumlah Kuadrat Total

$$\begin{aligned}(\text{JK}_T) &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - \text{FK} \\ &= (0,2924^2 + \dots + 1,0542^2) - 12,765453925 \\ &= 14,14930433 - 13,605128485 \\ &= 1,383850408\end{aligned}$$

### b. Jumlah Kuadrat Perlakuan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_P) &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - \text{FK} \\ &= \frac{(0,8768^2 + \dots + 3,1630^2)}{3} - 12,765453925 \\ &= 14,14930389 - 12,765453925 \\ &= 1,383849965\end{aligned}$$

### c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_{GP}) &= \text{JK}_T - \text{JK}_P \\ &= 1,383850408 - 1,383849965 \\ &= 0,000000443\end{aligned}$$

## 3. Analisis Sidik Ragam (Uji F)

### a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned}(\text{KT}_P) &= \frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \\ &= \frac{1,383849965}{5} \\ &= 0,276769993\end{aligned}$$

### b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned}(\text{KT}_{GP}) &= \frac{JK \text{ galatpercobaan}}{dB \text{ galatpercobaan}} \\ &= \frac{0,000000443}{1}\end{aligned}$$

$$= 0,000000037$$

c. Menghitung Nilai F

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

$$= \frac{0,276769993}{0,000000037}$$

$$= 7488724,76$$

**Tabel L.8.2 Hasil analisis sidik ragam pengaruh variasi lama pengocokan terhadap kemampuan adsorpsi piropilit terhadap sianida**

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F <sub>hitung</sub>	F <sub>tabel</sub>
Perlakuan	5	1.383849965	0.276769993	7488724.76	5.06
Galat	12	0.000000443	0.000000037		
Total	17				

Hasil uji F menunjukkan bahwa  $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}(1\%)}$  maka  $H_0$  ditolak, yang artinya ada perbedaan yang sangat nyata antarperlakuan sehingga dapat disimpulkan bahwa perlakuan membuat variasi lama pengocokan dapat mempengaruhi nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Untuk mengetahui adanya perbedaan tersebut dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil).

$$BNT(\alpha) = t_{\text{tabel}}(\alpha/2; dBg) \times \sqrt{2KT_g/n}$$

$$BNT(1\%) = t_{\text{tabel}}(0,005; 12) \times \sqrt{((2 \times 0,000000037)/3)}$$

$$= 3,055 \times 0,000157$$

$$= 0,0005$$

**Tabel L.8.3 Hasil uji BNT pada nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi lama pengocokan**

Lama pengocokan (menit)	Rata-rata perlakuan (x)	Beda				
		(x-10)	(x-20)	(x-60)	(x-50)	(x-40)
30	1.0547	0.7624*	0.3557*	0.1567*	0.0004	0.0002
40	1.0545	0.7622*	0.3555*	0.1565*	0.0002	0
50	1.0543	0.7620*	0.3553*	0.1563*	0	
60	0.8980	0.6057*	0.1990*	0		
20	0.6990	0.4067*	0			
10	0.2923	0				

Keterangan :

\* = beda nyata pada taraf uji 1%

**Tabel L.8.4 Hasil penentuan nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi konsentrasi sianida**

[CN]	qc (1)	qc (2)	qc (3)	qc rata-rata	qc total
6	0.2459	0.2463	0.2459	0.2460	0.7381
8	0.7202	0.7202	0.7206	0.7203	2.1610
<b>10</b>	<b>1.0550</b>	<b>1.0550</b>	<b>1.0546</b>	<b>1.0549</b>	<b>3.1646</b>
12	1.0550	1.0542	1.0550	1.0547	3.1642
14	1.0542	1.0546	1.0546	1.0545	3.1634
16	1.0546	1.0538	1.0546	1.0543	3.1630
<b>Jumlah</b>				<b>5.1848</b>	<b>15.5544</b>

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh memvariasi konsentrasi sianida pada kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida

maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}\text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right]^2}{pxn} \\ &= \frac{(15,5544)^2}{6 \times 3} \\ &= 13,441114820\end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total

$$\begin{aligned}(\text{JK}_T) &= \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - \text{FK} \\ &= (0,2459 + \dots + 1,0546) - 13,441114820 \\ &= 15,0846 - 13,441114820 \\ &= 1,643484921\end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_P) &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - \text{FK} \\ &= \frac{(0,7381 + \dots + 3,1630)^2}{3} - 13,441114820 \\ &= 15,0846 - 13,441114820 \\ &= 1,643483590\end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_{GP}) &= \text{JK}_T - \text{JK}_P \\ &= 1,643484921 - 1,643483590 \\ &= 0,000001330\end{aligned}$$

### 3. Analisis Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah <sup>Perlakuan</sup>

$$(KT_P) = \frac{JK_{perlakuan}}{dB_{perlakuan}}$$

$$= \frac{1,643483590}{5}$$

$$= 0,328696718$$

b. Kuadrat Tengah <sup>Galat Percobaan</sup>

$$(KT_{GP}) = \frac{JK_{galatpercobaan}}{dB_{galatpercobaan}}$$

$$= \frac{0,000001330}{12}$$

$$= 0,000000111$$

c. Menghitung Nilai F

$$F_{hitung} = \frac{KT_{perlakuan}}{KT_{galatpercobaan}}$$

$$= \frac{0,328696718}{0,000000111}$$

$$= 2964578,684$$

**Tabel L.8.5 Hasil analisis sidik ragam pengaruh variasi konsentrasi sianida terhadap nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida**

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F <sub>hitung</sub>	F <sub>tabel</sub>
Perlakuan	5	1.643483590	0.328696718	2964578.684	5.06
Galat	12	0.000001330	0.000000111		
Total	17				

Hasil uji F menunjukkan bahwa  $F_{hitung} > F_{tabel(1\%)}$  maka  $H_0$  ditolak, yang artinya ada perbedaan yang sangat nyata antarperlakuan sehingga dapat disimpulkan bahwa perlakuan membuat variasi

konsentrasi sianida dapat mempengaruhi nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Untuk mengetahui adanya perbedaan tersebut dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil).

$$\text{BNT } (\alpha) = t_{\text{tabel}} (\alpha/2; \text{dBg}) \times \sqrt{2KT_g/n}$$

$$\begin{aligned} \text{BNT } (1\%) &= t_{\text{tabel}} (0,005; 12) \times \sqrt{((2 \times 0,000000111)/3)} \\ &= 3,055 \times 0,000272029 \\ &= 0,000831049 \end{aligned}$$

**Tabel L.8.6 Hasil uji BNT pada nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi konsentrasi sianida**

[CN-]	Rata-rata perlakuan (x)	Beda				
		(x-6)	(x-8)	(x-16)	(x-14)	(x-12)
10	1.0549	0.8089*	0.3346*	0.0006	0.0004	0.0002
12	1.0547	0.8087*	0.3344*	0.0004	0.0002	0
14	1.0545	0.8085*	0.3342*	0.0002	0	
16	1.0543	0.8083*	0.3340*	0		
8	0.7203	0.4743	0			
6	0.246	0				

Keterangan :

\* = beda nyata pada taraf uji 1 %

**Tabel L.8.7 Hasil penentuan nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi ukuran partikel piropilit**

Ukuran (mm)	Kemampuan adsorpsi			qc rata-rata	qc total
	qc (1)	qc (2)	qc (3)		
0,629	0.2863	0.2863	0.2871	0.2866	0.8597
0,164	0.5346	0.5355	0.5351	0.5351	1.6052
0,111	0.7071	0.7076	0.7076	0.7074	2.1223
<b>0,051</b>	<b>1.0550</b>	<b>1.0554</b>	<b>1.0554</b>	<b>1.0553</b>	<b>3.1659</b>
<b>Jumlah</b>				<b>2.5843</b>	<b>7.7529</b>

Untuk melihat ada tidaknya pengaruh memvariasi ukuran partikel piropilit dengan larutan sianida 10 ppm pada kemampuan adsorpsi piropilit maka dilakukan uji statistik menggunakan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{pxn} \\
 &= \frac{(7,7529)^2}{6 \times 3} \\
 &= 5,009014893
 \end{aligned}$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. Jumlah Kuadrat Total

$$\begin{aligned}
 (JK_T) &= \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK \\
 &= (0,2863^2 + \dots + 1,0554^2) - 5,009014893 \\
 &= 5,9474 - 5,009014893 \\
 &= 0,938389685
 \end{aligned}$$

b. Jumlah Kuadrat Perlakuan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_P) &= \frac{\left[ \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - \text{FK} \\ &= \frac{(0,8597^2 + \dots + 3,1659^2)}{3} - 5,009014893 \\ &= 5,9474 - 5,009014893 \\ &= 0,938388687\end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$\begin{aligned}(\text{JK}_{\text{GP}}) &= \text{JK}_T - \text{JK}_P \\ &= 0,938389685 - 0,938388687 \\ &= 0,000000998\end{aligned}$$

3. Analisis Sidik Ragam (Uji F)

a. Kuadrat Tengah Perlakuan

$$\begin{aligned}(\text{KT}_P) &= \frac{JK \text{ perlakuan}}{dB \text{ perlakuan}} \\ &= \frac{0,938388687}{3} \\ &= 0,312796229\end{aligned}$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$\begin{aligned}(\text{KT}_{\text{GP}}) &= \frac{JK \text{ galatpercobaan}}{dB \text{ galatpercobaan}} \\ &= \frac{0,000000998}{8} \\ &= 0,000000125\end{aligned}$$

c. Menghitung Nilai F

$$\begin{aligned}F_{\text{hitung}} &= \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galatpercobaan}} \\ &= \frac{0,312796229}{0,000000125} \\ &= 2507705,891\end{aligned}$$

**Tabel L.8.8 Hasil analisis sidik ragam pengaruh variasi ukuran partikel piropilit dengan larutan sianida 10 ppm terhadap nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida**

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F <sub>hitung</sub>	F <sub>tabel</sub>
Perlakuan	3	0.938388687	0.312796229	2507705.891	7.59
Galat	8	0.000000998	0.000000125		
Total	11				

Hasil uji F menunjukkan bahwa  $F_{hitung} > F_{tabel(1\%)}$  maka  $H_0$  ditolak, yang artinya ada perbedaan yang sangat nyata antarperlakuan sehingga dapat disimpulkan bahwa perlakuan membuat variasi ukuran partikel piropilit dapat mempengaruhi nilai kemampuan adsorpsi piropilit alam Nawangan Pacitan menggunakan sianida. Untuk mengetahui adanya perbedaan tersebut dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil).

$$\begin{aligned}
 \text{BNT } (\alpha) &= t_{tabel} (\alpha/2; dBg) \times \sqrt{2KT_g/n} \\
 \text{BNT } (1\%) &= t_{tabel} (0,005;8) \times \sqrt{((2x0,000000125)/3)} \\
 &= 3,355 \times 0,000288675 \\
 &= 0,000968505
 \end{aligned}$$

**Tabel L.8.9 Hasil uji BNT pada nilai kemampuan adsorpsi piropilit menggunakan sianida dengan variasi ukuran partikel piropilit**

No	Ukuran Partikel Piropilit	Rata-rata perlakuan (x)	Beda		
			(x-4)	(x-3)	(x-2)
1	0,051	1.0553	0.7687*	0.5202*	0.3479*
2	0,111	0.7074	0.4208*	0.1723*	0
3	0,164	0.5351	0.2485*	0	
4	0,629	0.2866	0		

Keterangan :

\* = beda nyata pada taraf uji 1 %

## LAMPIRAN 9 KONVERSI SATUAN US MESH

**Tabel L9 Konversi satuan ukuran partikel menurut US mesh**

Ukuran (mesh)	Ukuran (in)	Ukuran (mm)	Ukuran (mesh)	Ukuran (in)	Ukuran (mm)
10	0.0787	1.9990	80	0.0070	0.1778
12	0.0661	1.6789	100	0.0059	0.1499
14	0.0555	1.4097	120	0.0049	0.1245
16	0.0469	1.1913	140	0.0041	0.1041
18	0.0394	1.0008	170	0.0035	0.0889
20	0.0331	0.8407	200	0.0029	0.0737
25	0.0278	0.7061	230	0.0025	0.0635
30	0.0234	0.5944	270	0.0021	0.0533
35	0.0197	0.5004	325	0.0017	0.0432
40	0.0165	0.4191	400	0.0015	0.0381
45	0.0139	0.3531	450	0.0012	0.0305
50	0.0117	0.2972	500	0.0010	0.0254
60	0.0098	0.2489	635	0.0008	0.0203
70	0.0083	0.2108			

Ukuran yang digunakan pada penelitian ini adalah 20, 40, 80, 100, 120, 150, 250, dan 300 mesh. Ukuran tersebut telah tersedia konversinya di dalam Tabel L.9, tetapi untuk ukuran 150, 250, dan 300 mesh tidak terdapat konversinya di dalam Tabel L.9, sehingga dilakukan interpolasi hubungan antara ukuran mesh dengan ukuran milimeter. Dengan demikian didapat persamaan  $y=18,11x^{-0,91}$  dari Grafik L.9 dengan  $R^2=0,998$ , sehingga dapat dihitung dengan mengasumsikan bahwa  $y$  merupakan ukuran mesh dan  $x$  merupakan ukuran milimeter. Dari perhitungan dengan menggunakan persamaan tersebut, diperoleh ukuran 150, 250, dan 300 mesh yang berturut-turut setara dengan 0,098, 0,056, dan 0,046 mm.

