

**PENGARUH KONSENTRASI NH_4NO_3 PADA PROSES
AKTIVASI ZEOLIT ALAM TERHADAP KEMAMPUAN H-ZEOLIT
SEBAGAI PENUKAR ION AMONIUM
PADA AIR LIMBAH RUMAH TANGGA**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



disusun oleh :

**ANA ERMIYATI
No Mhs : 98 612 004**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA**

2002

**PENGARUH KONSENTRASI NH_4NO_3 PADA PROSES
AKTIVASI ZEOLIT ALAM TERHADAP KEMAMPUAN H-ZEOLIT
SEBAGAI PENUKAR ION AMONIUM
PADA AIR LIMBAH RUMAH TANGGA**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



disusun oleh :

**ANA ERMIYATI
No Mhs : 98 612 004**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA**

2002

THESIS

**EFFECT OF NH_4NO_3 CONCENTRATION IN NATURAL
ZEOLITE ACTIVATION PROCESS ON H-ZEOLITE
CAPABILITY AS NH_4^+ ION EXCHANGER
IN DOMESTIC WASTEWATER**

**ANA ERMIYATI
98 612 004**

**Submitted to complete a part of the requirements
Of the “Sarjana” degree in chemistry**

Supervisors :

1. Is Fatimah, M.Si

2. Riyanto, M.Si

**CHEMICAL DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE
INDONESIAN ISLAMIC UNIVERSITY
JOGJAKARTA**

2002

HALAMAN PENGESAHAN

**PENGARUH KONSENTRASI NH_4NO_3 PADA PROSES
AKTIVASI ZEOLIT ALAM TERHADAP KEMAMPUAN
H-ZEOLIT SEBAGAI PENUKAR ION AMONIUM
PADA AIR LIMBAH RUMAH TANGGA**

Oleh :

ANA ERMIYATI
No Mhs : 98 612 004

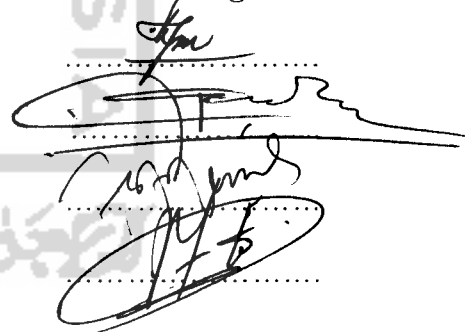
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 16 Oktober 2002

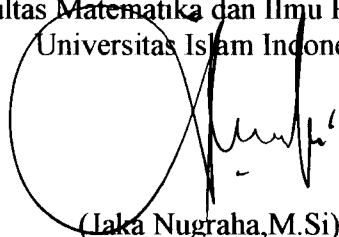
Penguji

1. Dra. Suparmi, M.Si, Apt
2. Drs. Allwar, M.Sc
3. Is Fatimah, M.Si
4. Riyanto, M.Si

Tanda tangan



Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



(Laka Nugraha, M.Si)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Jadikanlah sabar dan sholat sebagai penolongmu

(QS. Al Baqaroh : 45)

Dari Abu Hurairah ra. Bahwasanya Rasulullah SAW Bersabda :

“Barang siapa menempuh jalan untuk menuntut ilmu, maka Allah memudahkan bagi orang itu karena ilmu tersebut jalan menuju surga” (HR. Muslim)

Bersama kesukaran pasti ada kemudahan

(QS. Asy Syarh: 5)

ORA ET LABORA

(BELAJAR DAN BERDO'A)

Tiada kata yang pantas terucap selain syukur kepada Allah SWT

Dengan setulus hati skripsi ini kupersembahkan kepada :

Abah dan Mama tercinta,

semua yang kulakukan takkan cukup untuk membalas air mata dan keringat kalian

Kak Erma dan Yofi tersayang

Teman-teman terdekatku

yang telah memberi warna dalam hidupku

KATA PENGANTAR

Assalamu 'alaikum Wr. Wb.

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas limpahan karunia dan rahmat-Nya yang telah memberikan kekuatan kepada penulis untuk melakukan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul : **Pengaruh Konsentrasi NH_4NO_3 Pada Proses Aktivasi Zeolit Alam Terhadap Kemampuan H-Zeolit Sebagai Penukar Ion Amonium Pada Air Limbah Rumah Tangga** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh derajat Sarjana di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Jurusan Kimia, Universitas Islam Indonesia.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Bapak Riyanto, M.Si selaku kepala jurusan kimia dan pembimbing kedua yang telah membimbing selama penulisan skripsi.
3. Ibu Is Fatimah, M.Si selaku pembimbing pertama, yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama penelitian dan penulisan skripsi.
4. Bapak Dr. Karna Wijaya, M.Eng yang telah memberikan pengarahan selama penelitian.
5. Kepala Laboratorium Kimia FMIPA UII beserta staf yang telah banyak membantu selama penelitian.
6. Semua pihak yang telah membantu penyelesaian skripsi ini.

Semoga amal baik mereka dapat diterima oleh Allah SWT dan hanya Allah SWT yang mampu membalas semuanya.

Dari skripsi ini banyak harapan yang penulis inginkan. Pertama, bagi penulis sendiri dengan selesainya penulisan skripsi ini dapat memberikan dorongan untuk selalu berbuat yang terbaik dalam ilmu pengetahuan. Sedangkan bagi ilmu pengetahuan, penulis berharap dari sedikit skripsi ini dapat memberikan dorongan dukungan untuk kemajuan ilmu pengetahuan demi kemajuan peradaban nanti kelak.

Akhir kata penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna maka dari itu penulis sangat mengharapkan kritikan dan saran demi kesempurnaa skripsi ini.

Jogjakarta, Oktober 2002

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN MOTTO DAN PERSEMBAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
INTISARI	xi
ABSTRACT	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Zeolit Alam	4
2.2 Aktivasi Zeolit	5
2.3 Aplikasi Zeolit dalam Pengolahan Air Limbah	7
BAB III DASAR TEORI	9
3.1 Teori Pertukaran Ion	9
3.2 Pertukaran Ion Dalam Zeolit	10
3.3 Aktivasi Zeolit	11
3.4 Spektroskopi	12
3.5 Penentuan Amonia	14
3.6 Metode Difraksi Sinar-X	15
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN	17
4.1 Alat dan Bahan Penelitian	17
4.1.1 Alat-alat yang digunakan dalam penelitian	17

4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ...	17
4.2 Cara Penelitian	18
4.2.1 Persiapan sampel zeolit	18
4.2.2 Difraksi sinar-X (XRD)	18
4.2.3 Penentuan kapasitas pertukaran zeolit	18
4.2.4 Pembuatan Reagen Nessler	19
4.2.5 Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$	19
4.2.6 Penentuan waktu kestabilan senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$	19
4.2.7 Membuat kurva kalibrasi	19
4.2.8 Pertukaran ion NH_4^+ dengan sampel zeolit	20
4.2.9 Aplikasi penggunaan zeolit sebagai penukar ion NH_4^+ dalam air limbah rumah tangga	20
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	21
5.1 Karakter Sampel Zeolit	22
5.1.1 Analisis difraksi sinar-X (XRD)	22
5.1.2 Kapasitas pertukaran kation	28
5.2 Analisis NH_4^+ Dengan UV-Visibel	30
5.2.1 Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$	31
5.2.2 Penentuan waktu kestabilan kompleks	31
5.2.3 Kurva kalibrasi	33
5.2.4 Pola penyerapan NH_4^+	34
5.3 Aplikasi zeolit sebagai penukar kation NH_4^+ pada pengolahan air limbah rumah tangga	36
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	39
6.1 Kesimpulan	39
6.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40

DAFTAR TABEL

Nama Tabel	halaman
Tabel 5.1 Kristanilitas sampel	27
Tabel 5.2 Kadar NH_4^+ yang tertukar oleh sampel zeolit	36



DAFTAR GAMBAR

Nama Gambar	halaman
Gambar 3.1 Struktur rangka zeolit	10
Gambar 5.1 Difraktogram zeolit alam	23
Gambar 5.2 Difraktogram zeolit aktivasi HCl 1,0 M	24
Gambar 5.3 Difraktogram zeolit aktivasi HCl 6,0 M	24
Gambar 5.4 Grafik kapasitas penukar kation	28
Gambar 5.5 Kurva panjang gelombang maksimum	31
Gambar 5.6 Kurva penentuan waktu kestabilan kompleks	32
Gambar 5.7 Kurva kalibrasi	33
Gambar 5.8 Grafik pola penyerapan zeolit pada berbagai konsentrasi..	34
Gambar 5.9 Grafik penyerapan zeolit pada air limbah rumah tangga...	37

DAFTAR LAMPIRAN

Nama Lampiran	halaman
Lampiran 1 Tabel pengukuran panjang gelombang	42
Lampiran 2 Tabel waktu kestabilan kompleks	43
Lampiran 3 Tabel kurva kalibrasi	44
Lampiran 4 Data intensitas relatif standar JCPDS Klinoptilolit	45
Lampiran 5 Data intensitas relatif standar JCPDS Mordenit	46
Lampiran 6 Data intensitas relatif standar JCPDS Kuarsa	47
Lampiran 7 Data perhitungan KPK	48
Lampiran 8 Data perhitungan KPK	49
Lampiran 9 Uji statistik ketepatan dan ketelitian NH_4NO_3 dengan Nessler	51
Lampiran 10 Penentuan konsentrasi NH_4^+ dengan spektrofotometer UV-Vis	53
Lampiran 11 Pengukuran konsentrasi NH_4^+ dalam sampel air limbah rumah tangga	54
Lampiran 12 Data analisis XRD zeolit alam	55
Lampiran 13 Difraktogram analisis XRD zeolit alam	56
Lampiran 14 Data analisis XRD zeolit aktivasi HCl 1,0 M	57
Lampiran 15 Difraktogram analisis XRD zeolit aktivasi HCl 1,0 M..	58
Lampiran 16 Data analisis XRD zeolit aktivasi HCl 6,0 M	59
Lampiran 17 Difraktogram analisis XRD zeolit aktivasi HCl 6,0 M ...	60

PENGARUH KONSENTRASI NH_4NO_3 PADA PROSES AKTIVASI ZEOLIT ALAM TERHADAP KEMAMPUAN H-ZEOLIT SEBAGAI PENUKAR ION AMONIUM PADA AIR LIMBAH RUMAH TANGGA

INTISARI

Ana Ermiyati
No Mhs : 98612004

Telah dilakukan penelitian pengaruh konsentrasi NH_4NO_3 pada proses aktivasi zeolit alam terhadap kemampuan H-zeolit sebagai penukar ion amonium pada air limbah rumah tangga.

Aktivasi dilakukan dengan cara merefluks sampel zeolit alam dengan HCl dengan variasi konsentrasi 1,0 M dan 6,0 M. Selanjutnya sampel zeolit dijenuhkan dengan NH_4NO_3 dengan variasi konsentrasi 1,0 M dan 3,0 M, dan dilakukan kalsinasi pada 450°C selama 5 jam. Sampel zeolit yang digunakan selanjutnya adalah zeolit alam tanpa perlakuan awal (ZA), zeolit yang telah diaktivasi dengan HCl tetapi belum dijenuhkan dengan NH_4NO_3 (Z(0)), zeolit yang telah diaktivasi dengan HCl dan dijenuhkan dengan NH_4NO_3 1,0 M (H-Z(1)) dan dijenuhkan dengan NH_4NO_3 3,0 M (H-Z(3)). Karakterisasi yang dilakukan meliputi pengukuran kristanilitas menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan kapasitas pertukaran kation (KPK). Pertukaran kation dilakukan dengan menggunakan kolom dengan diameter 14 mm, laju alir 2-5 mL/menit dan konsentrasi NH_4^+ dalam eluat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kapasitas pertukaran kation ZA sebesar 0,9164 mgrek/g, Z(0) sebesar 0,9472 mgrek/g, H-Z(1) sebesar 0,9623 mgrek/g dan H-Z(3) sebesar 0,9824 mgrek/g. Semua sampel zeolit memiliki pola pertukaran yang sama, yaitu persen ion amonium yang terserap naik dengan naiknya konsentrasi umpan. Zeolit alam (ZA) mampu menurunkan konsentrasi NH_4^+ dalam sampel air limbah rumah tangga sampai dengan 90,26%, Z(0) sampai dengan 93%, H-Z(1) sampai dengan 96,26% dan H-Z(3) sampai dengan 99,51%.

EFFECT OF NH_4NO_3 CONCENTRATION IN NATURAL ZEOLITE ACTIVATION PROCESS ON H-ZEOLITE CAPABILITY AS NH_4^+ ION EXCHANGER IN DOMESTIC WASTEWATER

ABSTRACT

Ana Ermiyati
No Mhs : 98612004

Research on effect of NH_4NO_3 concentration in natural zeolite activation process to ability H-zeolite as ion NH_4^+ exchanger in domestic wastewater was investigated.

Activation of natural zeolite was done by refluxing zeolite sample with HCl in various concentrations of 1,0 M and 6,0 M. Then zeolite sample saturated with NH_4NO_3 in various concentrations of 1,0 M and 3,0 M, followed by calcinations at 450°C for 5 hours. Zeolite samples used were natural zeolite (ZA), activated zeolite with HCl (Z(0)), activated zeolite by 1,0 M NH_4NO_3 (H-Z(1)) and activated zeolite by 3,0 M NH_4NO_3 (H-Z(3)). Characterizations included measuring crystallinity using X-Ray Diffractometer (XRD) and measuring Cation Exchange Capacity (CEC). Ion exchange was done by column with diameter of 14 mm, flow rate of 2-5 mL/min and then eluat analyzed by UV-Vis.

The result show that CEC are (ZA) 0,9164 mgrek/g, (Z(0)) 0,9472 mgrek/g, (H-Z(1)) 0,9623 mgrek/g and (H-Z(3)) 0,9824 mgrek/g. All samples have same ion exchanged trend, where adsorbed ammonium concentration increase as increasing of NH_4^+ concentration. NH_4^+ concentration decrease up to 90,26% (using ZA), 93% (Z(0)), 96,26% (H-Z(1)) and 99,51% (H-Z(3)).

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit alam adalah salah satu jenis mineral yang dapat ditemukan di Indonesia dalam jumlah besar. Menurut data dari Pusat Pengembangan Teknologi Mineral di Bandung tahun 1991, deposit zeolit alam diperkirakan sekitar 120 juta ton dan telah diketahui tersebar pada 46 lokasi. Pada tahun 1950 lebih dari 300.000 ton per tahun dilakukan penambangan zeolit di Negara Amerika Serikat, Italia, Bulgaria, Yugoslavia, Mexico, Korea dan Jerman. Di Jepang produksi zeolit untuk berbagai jenis kegunaan meningkat dari tahun 1987 sebanyak 65.000 ton menjadi 100.000 ton pada tahun 1990 (Suyartono dan Husaini, 1991).

Meskipun penggunaan zeolit di berbagai Negara sudah cukup luas namun di Indonesia zeolit masih belum begitu banyak dikenal oleh masyarakat, mengingat zeolit sebagai sumber daya alam masih bercampur dengan mineral-mineral lain dan bahan pengotor. Oleh karena itu zeolit dapat digunakan sebagai material yang berdaya guna dengan cara meningkatkan kualitas zeolit alam yang diawali dengan penggerusan sampai butir tertentu dan disesuaikan dengan kegunaannya, serta dilakukan proses aktivasi. Aktivasi bertujuan meningkatkan mutu dan kegunaan zeolit dari segi daya penukar ion, daya katalis, dan daya adsorbsinya sehingga zeolit mempunyai nilai tambah yang lebih besar.

Industri-industri yang ada saat ini selain banyak memberikan manfaat, juga dapat menimbulkan masalah baru karena menghasilkan limbah berbahaya. Industri-industri yang berpotensi sebagai pencemar lingkungan antara lain industri penyamakan kulit, industri pupuk, industri tekstil dan industri MSG. Bahan kimia sebagai pencemar tersebut antara lain sulfida, krom dan amonia. Jika pabrik tersebut membuang limbah cair, maka aliran limbah tersebut akan melalui perairan disekitar pemukiman. Dengan demikian mutu lingkungan tempat tinggal penduduk menjadi turun. Kelebihan amonia dalam sistem perairan akan menimbulkan bau busuk pada air sampai dengan naiknya kadar *Biological Oxygen Demand (BOD)* maupun *Chemical Oxygen Demand (COD)*. Jika hal ini melampaui nilai ambang batas yang diperbolehkan, maka gejala yang paling mudah diketahui adalah matinya organisme perairan (Sutaryo, 1996). Oleh karena itu sebelum limbah air dibuang ke lingkungan harus diolah sedemikian rupa sehingga layak buang.

Untuk menjawab masalah tersebut maka pada penelitian ini dilakukan upaya pengambilan ion amonium dari larutan menggunakan zeolit alam dengan metode pertukaran ion. Zeolit alam yang digunakan terlebih dahulu diaktivasi dengan HCl dan dijenuhkan dengan NH_4NO_3 lalu dipelajari kemampuannya untuk mengambil ion amonium. Kajian kinetika pertukaran kation juga dilakukan untuk mengetahui efektivitas zeolit alam sebagai penukar kation. Pada penelitian ini sampel zeolit dicobakan untuk menurunkan kandungan NH_4^+ dari limbah rumah tangga.

2.2 Perumusan Masalah

1. Apakah penjenuhan zeolit dengan NH_4NO_3 berpengaruh pada kemampuan zeolit sebagai penukar ion amonium.
2. Bagaimana pola penyerapan ion NH_4^+ pada zeolit teraktivasi.
3. Apakah aktivasi terhadap sampel zeolit mampu menaikkan penyerapan NH_4^+ pada limbah rumah tangga.

1.3 Tujuan Penelitian

1. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh konsentrasi penjenuhan zeolit dengan NH_4NO_3 terhadap kemampuannya sebagai penukar ion amonium.
2. Mempelajari pola penyerapan ion NH_4^+ pada zeolit teraktivasi.
3. Mempelajari pengaruh proses aktivasi zeolit terhadap penyerapan NH_4^+ pada limbah rumah tangga.

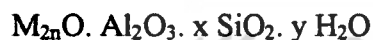
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit Alam

Zeolit mulai dikenal sebagai bahan tambang baru sejak ditemukan pertama kali oleh ahli mineralogi dari Swedia bernama F. A. F. Cronstedt pada tahun 1756. Nama zeolit sendiri berasal dari bahasa Yunani, *zeo* artinya mendidih dan *lithos* artinya batuan (Mumpton, 1978). Nama ini sesuai dengan sifat zeolit yang akan membuih bila dipanaskan pada 100°C (Mc Graw, 1992).

Para ahli mineralogi memperkirakan zeolit terbentuk dari lava gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, membentuk sedimen-sedimen dan batuan metamorfosa dan selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin membentuk mineral zeolit (Barrer, 1982).

Kerangka dasar struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 dengan rumus empiris :



M = kation alkali atau alkali tanah

n = valensi logam alkali

x = bilangan tertentu (2 sampai 10)

y = bilangan tertentu (2 sampai 7)

Jadi zeolit terdiri dari 3 komponen yaitu : kation yang dipertukarkan; kerangka aluminasilikat; dan fase air (Sutopo, 1991).

2.2 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam yang diperoleh telah dapat digunakan untuk berbagai keperluan. Akan tetapi daya serap, daya tukar ion maupun daya katalis dari zeolit tersebut belum maksimal. Untuk memperoleh zeolit dengan kemampuan yang tinggi diperlukan aktivasi dan modifikasi. Proses aktivasi zeolit dapat dilakukan dalam 2 cara yaitu secara fisis dan kimiawi. Aktivasi secara fisis berupa pemanasan zeolit dengan tujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaan pori-pori bertambah. Aktivasi secara kimia dilakukan dengan larutan asam klorida dan asam sulfat yang pada prinsipnya untuk membersihkan permukaan pori dan membuang senyawa pengganggu (Suyartono dan Husaini, 1991). Aktivasi menggunakan asam sulfat dilakukan dengan cara 50 gram zeolit alam dalam gelas beker ditambah dengan 400 ml H_2SO_4 0,2 N diaduk selama 45 menit. Setelah itu sampel dinetralkan dengan akuades, kemudian dikeringkan dengan suhu $105^\circ C$. Aktivasi dengan NaOH dilakukan dengan cara 50 gram zeolit alam direndam dalam 100 ml NaOH 0,5 N selama 30 jam. Setelah itu dinetralkan dengan akuades, kemudian dikeringkan. Eliyanti (1992) mengaktivasi zeolit alam dengan mereaksikan dengan larutan HCl 6 N sambil direfluks dengan variasi waktu kemudian dikalsinasi pada temperatur $550^\circ C$.

Sifat zeolit sebagai penukar kation telah dipelajari oleh Husaini (1992), yaitu zeolit alam dari Polmas, Sulawesi. Zeolit alam diaktivasi dengan NaOH 0,5 M dan diaduk selama 3 jam dengan menggunakan gelas piala yang dilengkapi dengan pengaduk. Zeolit juga diaktivasi dengan H_2SO_4 0,2 N dan diaduk selama 45 menit.

Zeolit yang belum maupun yang sudah diaktivasi diuji daya pertukaran ionnya. Dalam hal ini ion logam berat yang diuji adalah Fe, Cu, Co, Zn, Cr dan Pb. Zeolit hasil aktivasi dengan penambahan NaOH, kemampuan pertukaran ionnya meningkat untuk ion-ion logam berat Co^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , dan Fe^{3+} sedangkan terhadap ion logam Cr tidak banyak perbedaannya dengan zeolit asal. Zeolit hasil aktivasi dengan H_2SO_4 , kemampuan pertukaran ionnya meningkat untuk ion-ion logam berat Zn, Cr, Mn, dan Fe, sedangkan terhadap ion logam Co tidak nampak perbedaannya.

Zeolit Bayah dapat menurunkan kadar Mn dalam air. Percobaan dilakukan dengan mengaktivasi zeolit alam dengan KMnO_4 (Mn-zeolit). Pada 2,5 gram zeolit (-150+200 mesh) ditambahkan sebanyak 50 ml MnCl_2 , lalu dikocok dengan mesin kocok. Larutan disaring dan residu yang didapat dicampur dengan KMnO_4 0,5%, kemudian dikocok dan disaring kembali. Residu dibilas dengan akuades sampai bebas Mn. 100 ml larutan mangan yang akan diserap dicampur dengan 0,1 gram zeolit. Analisa penyerapan mangan dilakukan dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Untuk mempelajari perubahan bentuk kristal digunakan *X-ray Diffractometer* (XRD). Hasil studi menunjukkan bahwa zeolit Bayah dapat dipakai untuk menurunkan kadar Mn dalam air sedangkan daya serapnya akan meningkat bila zeolit alam tersebut diubah terlebih dahulu menjadi Mn-zeolit (Selinawati, 1994). Penggunaan Zeolit Bayah untuk pengolahan air buangan industri Monosodium Glutamat di PT. Miwon Indonesia ditekankan sebagai penukar kation NH_4^+ dan penyerap NO_2^- dan NO_3^- . Pengolahan air buangan industri MSG dilakukan dengan menggunakan dua buah kolom berbentuk silinder tegak yang dipasang seri,

masing-masing bergaris tengah 50 cm dan tinggi 10 cm. Kolom tersebut diisi zeolit dengan ukuran butir -28+48 mesh setinggi 35 cm sehingga membentuk unggun diam. Zeolit umpan air buangan diambil dari saluran buangan PT. Miwon Indonesia yang merupakan keluaran kolam stabilisasi unit pengolahan air buangan industri di perusahaan tersebut, laju alir keluaran adalah 22 liter/menit (Suganal, dkk, 1990).

2.3 Aplikasi Zeolit Dalam Pengolahan Air Limbah

Zeolit mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori yang tertentu. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyerap bahan, penukar ion dan katalisator (Anwar dkk, 1988). Dalam penyerapan molekul-molekul dengan garis tengah lebih kecil dari rongga zeolit, molekul-molekul yang lebih polar akan lebih banyak diserap zeolit.

Dalam hal pertukaran ion, zeolit bersifat selektif terhadap ion-ion tertentu, sehingga memungkinkan penggunaannya untuk pengolahan air buangan industri. Air buangan industri adalah air sisa proses pengolahan dari suatu industri yang telah mengalami perubahan fisik maupun kimiawi. Perubahan-perubahan tersebut tergantung pada perlakuan yang dialami oleh air selama proses pengolahan berlangsung. Pada umumnya air buangan industri sebagian digunakan kembali untuk mendukung proses industri, sebagian lainnya dibuang ke perairan umum (sungai, danau, laut dan lain-lain). Pengolahan air buangan industri meliputi empat tahap operasi, yaitu : tahap pra pengolahan (*pre treatment*), tahap pengolahan primer

(*primary treatment*), tahap pengolahan sekunder (*secondary treatment*). Tahap pra pengolahan adalah proses pengolahan pendahuluan untuk mengambil material terapung, padatan tersuspensi, pasir, minyak, dan lemak. Pada tahap pengolahan pendahuluan biasanya termasuk klorinasi awal untuk mencegah keluarnya bau pada proses-proses pengolahan selanjutnya. Tahap pengolahan primer adalah proses pengolahan secara kimiawi dan atau secara fisik untuk menetralkan dan memisahkan padatan tersuspensi sehingga padatan dapat ditangani dalam keadaan yang lebih pekat. Proses pengolahan secara kimiawi dilakukan dengan penambahan senyawa kimia sebagai koagulan, sehingga padatan tersuspensi atau terkoloid dapat membentuk flok besar yang mudah mengendap. Koagulan yang umum ditambahkan adalah tawas. Padatan yang telah membentuk flok besar dipisahkan secara fisik pada tanki atau bak sedimentasi. Tahap pengolahan sekunder adalah tahap pengolahan biologis untuk menghilangkan koloid senyawa organik atau senyawa organik terlarut melalui oksidasi biokimia dengan bantuan mikroorganisme. Tahap pengolahan tersier merupakan tahap pengolahan lanjut, terutama dilakukan untuk menurunkan BOD, COD, ion-ion logam berat, senyawa nitrogen, fosfat dan bakteri fatogen. Proses yang digunakan dapat berupa koagulasi dan sedimentasi, penyaringan, penyerapan atau pertukaran ion (Suganal dkk, 1990).

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Teori Pertukaran Ion

Teori pertukaran ion biasa dinyatakan sebagai pemindahan ion-ion yang bertanda muatan sama dalam kuantitas yang ekuivalen dimana reaksi tersebut merupakan reaksi bolak-balik. Reaksi pertukaran ion dengan valensi yang sama dinyatakan dengan persamaan (Pecsok, 1977) :

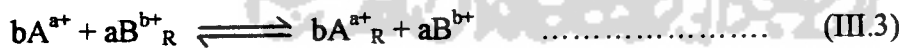


Maka :

$$K = \frac{[A^+_R][B^+]}{[A^+][B^+_R]} \quad \dots\dots\dots (III.2)$$

$[A^+_R]$ dan $[B^+_R]$ adalah konsentrasi ion A dan ion B dalam resin, sedangkan $[A^+]$ dan $[B^+]$ adalah konsentrasi ion A dan ion B di dalam larutan.

Apabila reaksi pertukaran ion memiliki valensi yang berbeda, maka :



$$K = \frac{[B^{b+}]^a [A^{a+}]^b}{[A^{a+}]^b [B^{b+}]^a} \quad \dots\dots\dots (III.4)$$

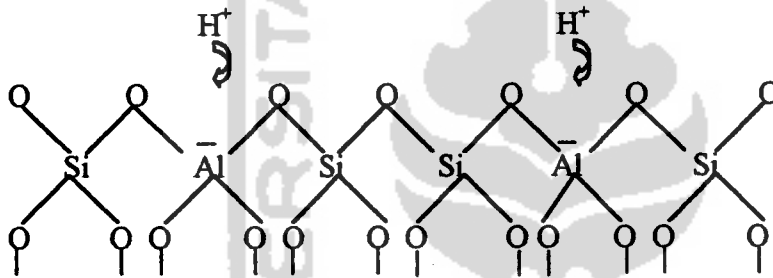
Koefisien selektifitas antara lain tergantung pada koefisien aktifitas (γ) senyawa pada kedua fase, dan konsentrasi (x) total senyawa pada resin



$$K = \frac{[B]_R [A]}{[A]_R [B]} = \frac{X_{BR} \cdot \gamma_{BR}}{X_{AR} \cdot \gamma_{AR}} \cdot \frac{C_A \cdot \gamma_A}{C_B \cdot \gamma_B} \dots\dots\dots (III.6)$$

3.2 Pertukaran Ion Dalam Zeolit

Pertukaran ion dalam zeolit terjadi jika kation dalam kristal digantikan oleh kation lain dalam larutan. Antara zeolit dan larutan akan terjadi kesetimbangan berikut (Hamdan, 1992).



Gambar 3.1 Struktur rangka zeolit

Pertukaran anion :



Pertukaran kation:



Dimana :

M atau M⁺ = kerangka anionik atau kationik penukar

A⁺ atau B⁺ = kation A atau kation B

A⁻ atau B⁻ = anion A atau anion B

Z = zeolit

l = larutan

Koefisien distribusi (K) dinyatakan :

$$K = \frac{A_Z B_S}{B_Z B_S} \quad (\text{untuk } n_A = n_B = 1) \quad \dots\dots\dots (III.9)$$

Pertukaran ion dikontrol oleh gaya elektrostatik berupa gaya Coulomb, sehingga kemampuan menukar suatu ion akan tergantung dalam proses pertukaran ion.

3.3 Aktivasi Zeolit

Peningkatan mutu zeolit alam melalui proses aktivasi dan modifikasi dimaksudkan untuk memperbesar kemampuan zeolit baik dari segi katalis, adsorben maupun pertukaran ion. Beberapa cara yang dapat ditempuh untuk meningkatkan mutu zeolit tersebut yaitu aktivasi dan modifikasi zeolit (Darmawan, 1996)

Proses aktivasi zeolit alam dapat di kelompokkan ke dalam dua cara:

1. Aktivasi fisis dengan pemanasan (kalsinasi)

Proses pemanasan zeolit bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit sehingga diharapkan jumlah pori-pori kosong dan luas permukaan internal kristal zeolit bertambah.

2. Aktivasi kimiawi

Prinsip aktivasi kimiawi adalah membersihkan pori-pori dalam kristal zeolit dan membuang senyawa pengotor serta mengatur kembali letak atom yang di pertukarkan (Fatimah, 1997).

3.4 Spektroskopi

Prinsip spektroskopi didasarkan adanya interaksi dari energi radiasi elektromagnetik dengan zat kimia. Hasil interaksi tersebut bisa menimbulkan satu atau lebih peristiwa seperti : pemantulan, absorpsi, emisi, penghamburan dan ionisasi. Dalam analisis kimia, peristiwa absorpsi merupakan dasar dari cara spektroskopi karena proses absorpsi tersebut bersifat spesifik untuk setiap zat kimia atau golongan zat kimia (aplikasi kualitatif). Di samping itu adalah kenyataan bahwa banyaknya absorpsi berbanding lurus dengan banyaknya zat kimia (aplikasi kuantitatif).

Interaksi radiasi elektromagnetik dengan zat kimia yang penting dalam spektroskopi adalah proses absorpsi, karena itu ada spektroskopi absorpsi. Setiap atom atau molekul memiliki energi. Bila suatu molekul memiliki energi pada tingkat yang paling rendah, maka molekul tersebut berada dalam keadaan tingkat dasar. Bila molekul tersebut mengabsorpsi energi radiasi, maka energi molekul tersebut menjadi lebih besar sehingga molekul tersebut berada dalam keadaan tingkat tereksitasi.

Besarnya perbedaan energi dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi bersifat spesifik untuk setiap molekul. Proses penyerapan terjadi bila besarnya energi radiasi

yang diberikan pada zat kimia tersebut sama besarnya dengan energi yang dibutuhkan oleh zat kimia tersebut untuk beralih ke tingkat tereksitasi. Dengan kata lain proses absorpsi radiasi oleh suatu zat kimia tertentu hanya akan terjadi bila radiasi mempunyai panjang gelombang atau frekuensi yang sama pula (Sudarmadji, 1989).

Apabila sinar monokromatik mengenai medium yang homogen, sebagian sinar yang datang akan dipantulkan, sebagian diserap dan sebagian diteruskan oleh medium. Jika intensitas sinar datang dinyatakan I_0 , sinar yang diserap dinyatakan I_a dan sinar yang diteruskan dinyatakan I_t , maka :

$$I_0 = I_a + I_t + I_r \quad \dots\dots\dots (III.10)$$

Sinar yang dipantulkan dinyatakan I_r , karena pada prakteknya harganya sangat kecil, sehingga sering diabaikan (Khopkar, 1990).

Bila suatu sinar dengan panjang gelombang λ dan intensitas I melewati suatu larutan dengan ketebalan b , maka menurut Lambert, Beer dan Bouguer akan terdapat hubungan :

$$T = \frac{I_t}{I_0} = 10^{-abc} \quad \dots\dots\dots (III.11)$$

T = transmitansi

I_0 = intensitas sinar mula-mula

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

C = konsentrasi larutan

Jika persamaan (III.11) dibuat logaritmanya, maka diperoleh :

$$\text{Log}T = \log \frac{I_t}{I_0} = -abc \quad \text{..... (III.12)}$$

Atau

$$- \log T = a b c \quad \text{..... (III.13)}$$

-log T disebut juga absorbansi (A) atau kerapatan optik sehingga :

$$- \log T = A = a b c \quad \text{..... (III.14)}$$

Dimana :

A = absorbansi

T = transmitansi (%)

a = konstanta absorpsivitas (L/mol.cm)

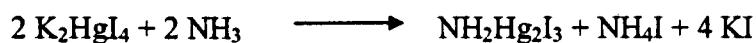
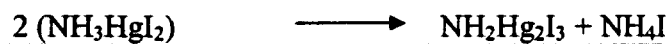
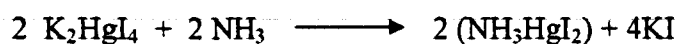
b = tebal medium (cm)

c = konsentrasi (mol/L)

Harga a spesifik untuk molekul atau ion penyerap dalam pelarut dan panjang gelombang tertentu, tidak tergantung pada konsentrasi dan panjang jalan yang dilalui sinar. Persamaan (III.14) dikenal sebagai hukum Lambert-Beer, atau bisa disebut hukum Beer.

3.5 Penentuan Amonia

Nessler adalah orang pertama yang mengusulkan suatu larutan merkuri (II) iodida sebagai pereaksi untuk penentuan ammonia. Pereaksi Nessler (K_2HgI_4) bereaksi dengan amonia membentuk senyawa kompleks berwarna merah kecoklatan dengan rumus empiris $NH_2Hg_2I_3$. Tahap-tahap reaksi :



Analisis amonia dilakukan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm (Boltz, 1978).

3. 6 Metode Difraksi Sinar-X

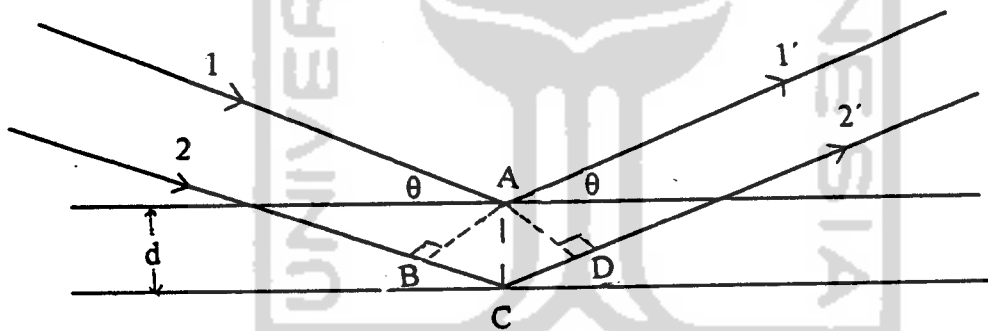
Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,5 – 2,5 Å dan ordonya sama dengan jarak bidang atom dalam kristal. Oleh sebab itu sinar-X sangat berguna dalam analisis struktur kristal dan untuk identifikasi mineral-mineral tanah yang berbentuk kristal (James, 1950).

Sinar-X dihasilkan akibat tumbukan antara elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran yang memberikan radiasi yang karakteristik. Radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) adalah yang paling banyak digunakan. Untuk menekan komponen $\text{K}\beta$ dari radiasi harus digunakan filter, misalnya logam Ni merupakan salah satu contoh filter yang sesuai untuk radiasi $\text{CuK}\alpha$.

Sinar-X akan menunjukkan gejala difraksi jika jatuh pada benda yang jarak antar bidangnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut.

Pada gambar 3.2 garis-garis horizontal menggambarkan bidang-bidang dalam kristal yang terpisah oleh jarak d_{hkl} . Seberkas sinar-X yang sejajar dengan panjang gelombang λ jatuh mengenai kristal dengan sudut θ terhadap bidang-bidang kristal tersebut.

Gelombang yang direfleksi dari A maka perbedaan lintasan antar kedua gelombang tersebut sebanding dengan $n\lambda$. Gambar tersebut menunjukkan bahwa perbedaan lintasan adalah $BC + CD$, jadi $BC + CD = n\lambda$. Sedangkan $BC = CD$ dan $CD = d_{hkl} \sin \theta$, sehingga persamaan menjadi $n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$ (hukum Bragg). Bila seberkas sinar-X mengenai suatu bahan kristalin, berkas ini akan didifraksi oleh bidang atom/ion dalam kristal tersebut. Besar sudut difraksi θ tergantung pada panjang gelombang λ berkas sinar-X dan jarak d_{hkl} disebut jarak antar lapis yang dapat diukur dari hasil analisis sinar-X; n : order difraksi; λ : panjang gelombang; θ : sudut difraksi; d_{hkl} : jarak antara bidang-bidang atom dalam kristal.



Gambar 3.2 Penjelasan difraksi sinar-X secara geometri sesuai dengan hukum Bragg

Zeolit termasuk senyawa dengan struktur kristal sehingga dapat diidentifikasi dengan metode difraksi sinar-X (XRD). Informasi yang dapat diperoleh dari pola difraksi sinar-X antara lain adalah kemurnian fasa, perubahan lapisan dan perubahan komposisi (Hamdan, 1992).

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat-alat yang digunakan dalam penelitian

1. Peralatan gelas merk pirex
2. Satu set alat refluks
3. Pengaduk magnet/stirer merk Labinco
4. Alat timbang merk Sartorius
5. Muffle Furnace merk Ogawa Seiki
6. Spektrofotometer UV-Vis merk Hitachi U 2010
7. X-Ray Diffraktometer (XRD) 6000 merk Shimadzu

4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian

1. Zeolit alam asal Wonosari 80 mesh dari PT. Prima Zeolita
2. HCl 37 % (Merck)
3. NaOH (Merck)
4. NH_4NO_3 (Merck)
5. KI (Merck)
6. HgI_2 (Merck)
7. Glasswool (Merck)
8. Sampel air limbah rumah tangga dari IPAL Sewon, Bantul, Jogjakarta

4. 2 Cara Penelitian

4. 2. 1 Persiapan sampel zeolit

Zeolit alam asal Wonosari ukuran 80 mesh direfluks dengan HCl 1 M dan 6 M selama 6 jam kemudian dicuci dengan akuades sampai netral lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 130°C selama 4 jam. Dilakukan pengukuran dengan XRD untuk mengetahui rusak tidaknya struktur zeolit yang telah direaksikan dengan asam.

Zeolit yang telah direfluks dengan HCl 1 M direndam dalam larutan amonium nitrat 1 M dan 3 M sambil diaduk selama 5 jam selama tiga hari untuk mendapatkan sampel NH₄-zeolit. Zeolit yang telah dijenuhkan dengan amonium nitrat disaring dan dicuci samapi netral lalu dikalsinasi pada suhu 450°C selama 5 jam untuk mendapatkan H-zeolit.

4.2.2 Difraksi sinar-X (XRD)

Serbuk zeolit diletakkan pada lempeng kaca, kemudian diratakan dan ditekan. Sisa bubuk disekitar lubang tempat bubuk dibersihkan. Lempeng kaca dimasukkan ke dalam alat dan pengukuran dimulai. Difraktogram akan keluar dari rekorder.

4.2.3 Penentuan kapasitas pertukaran zeolit

Penentuan kapasitas pertukaran zeolit dilakukan dengan mencampurkan 1 gram sampel zeolit kedalam 100 mL larutan NH₄⁺ 100 ppm. Sampel diaduk selama 4 jam lalu disaring. Filtrat dianalisis kandungan NH₄⁺nya dengan spektrofotometer UV-Vis.

4. 2. 4 Pembuatan reagen Nessler

Larutan 11,5 gram merkurium (II) iodida dan 8 gram kalium iodida dalam akuabides dan ditambahkan volumenya sampai menjadi 50 mL, ditambahkan lagi 50 mL natrium hidroksida 3 M. Larutan didiamkan selama 24 jam setelah itu didekantasi dari setiap endapan yang mungkin terjadi lalu disimpan ditempat yang gelap.

4.2. 5 Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$

Ke dalam 50 mL larutan standar NH_4^+ 9 ppm ditambahkan 1 mL pereaksi Nessler dan dibiarkan selama 25 menit. Absorbansi diamati pada panjang gelombang 415-550 nm. Dibuat kurva absorbansi lawan panjang gelombang.

4. 2. 6 Penentuan waktu kestabilan senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$

Ke dalam 50 mL larutan standar NH_4^+ 9 ppm ditambahkan 1 mL pereaksi Nessler. Pada 50 mL akuabides ditambah 1 mL pereaksi Nessler sebagai larutan blanko. Absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang 431,8 nm dengan selang waktu 5 menit. (0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 menit).

4. 2. 7 Membuat kurva kalibrasi

Ke dalam setiap larutan NH_4^+ 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm ditambahkan 1 mL pereaksi Nessler dan pada 50 mL akuabides ditambah 1 mL

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Sebelum digunakan, umumnya zeolit diaktivasi terlebih dahulu untuk menaikkan daya serap dan daya tukar ionnya. Proses aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan dua cara yaitu secara fisis dan kimiawi. Aktivasi secara fisis berupa pemanasan zeolit dengan tujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit sehingga luas permukaan pori-pori zeolit bertambah. Aktivasi secara kimia dilakukan dengan larutan asam dengan tujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan.

Pada penelitian ini proses aktivasi ditujukan untuk meningkatkan kualitas zeolit alam dalam penggunaannya sebagai penukar ion yaitu ion NH_4^+ dalam air limbah rumah tangga. Peningkatan kualitas yang dimaksudkan dalam hal ini adalah kemampuannya untuk menukar ion NH_4^+ , dimana semakin besar daya tukar sampel terhadap penukar ion NH_4^+ , maka dapat dikatakan bahwa sampel memiliki kualitas yang semakin baik. Dalam penelitian ini, proses aktivasi yang dilakukan adalah secara kimia. Zeolit diaktivasi dengan cara direfluks menggunakan larutan HCl dengan variasi konsentrasi 1,0 M dan 6,0 M. Selain itu, untuk meningkatkan kemampuan pertukaran kation pada zeolit dibuat homo ion H-zeolit alam dengan cara perendaman zeolit dengan NH_4NO_3 1,0 M dan 3,0 M sambil diaduk untuk mendapatkan sampel NH_4 -zeolit. Proses dilakukan selama tiga hari dan setiap

harinya larutan NH_4NO_3 diganti dengan larutan yang baru. Sampel H-zeolit diperoleh dari pemanasan pada 450°C cuplikan NH_4 -zeolit. Pada proses deamoniasi sampel NH_4 -zeolit diharapkan semua NH_4^+ yang terikat dapat membebaskan NH_3 dan cuplikan berada dalam bentuk H-zeolit.

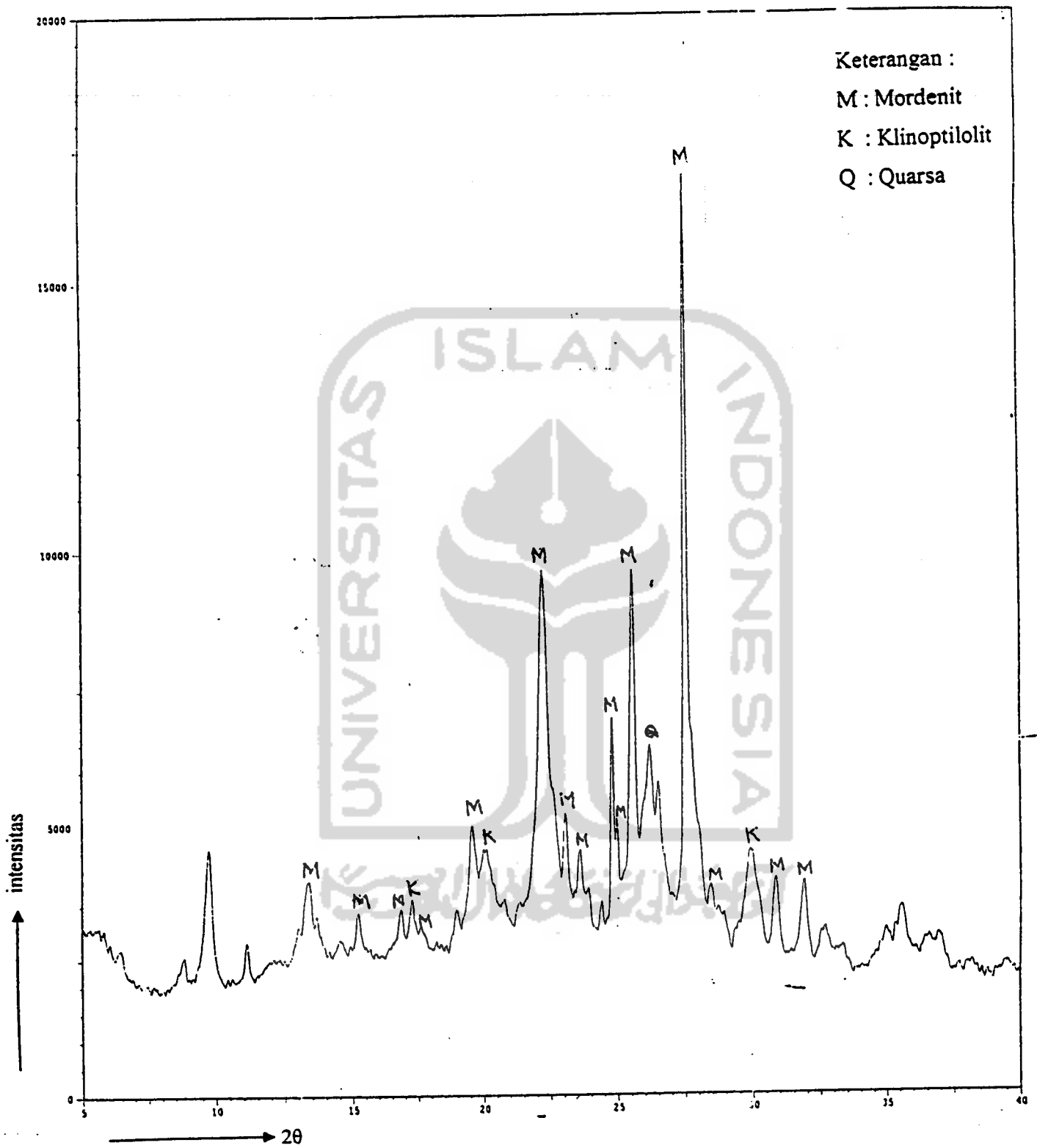
5.1 Karakter Sampel Zeolit

a. Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

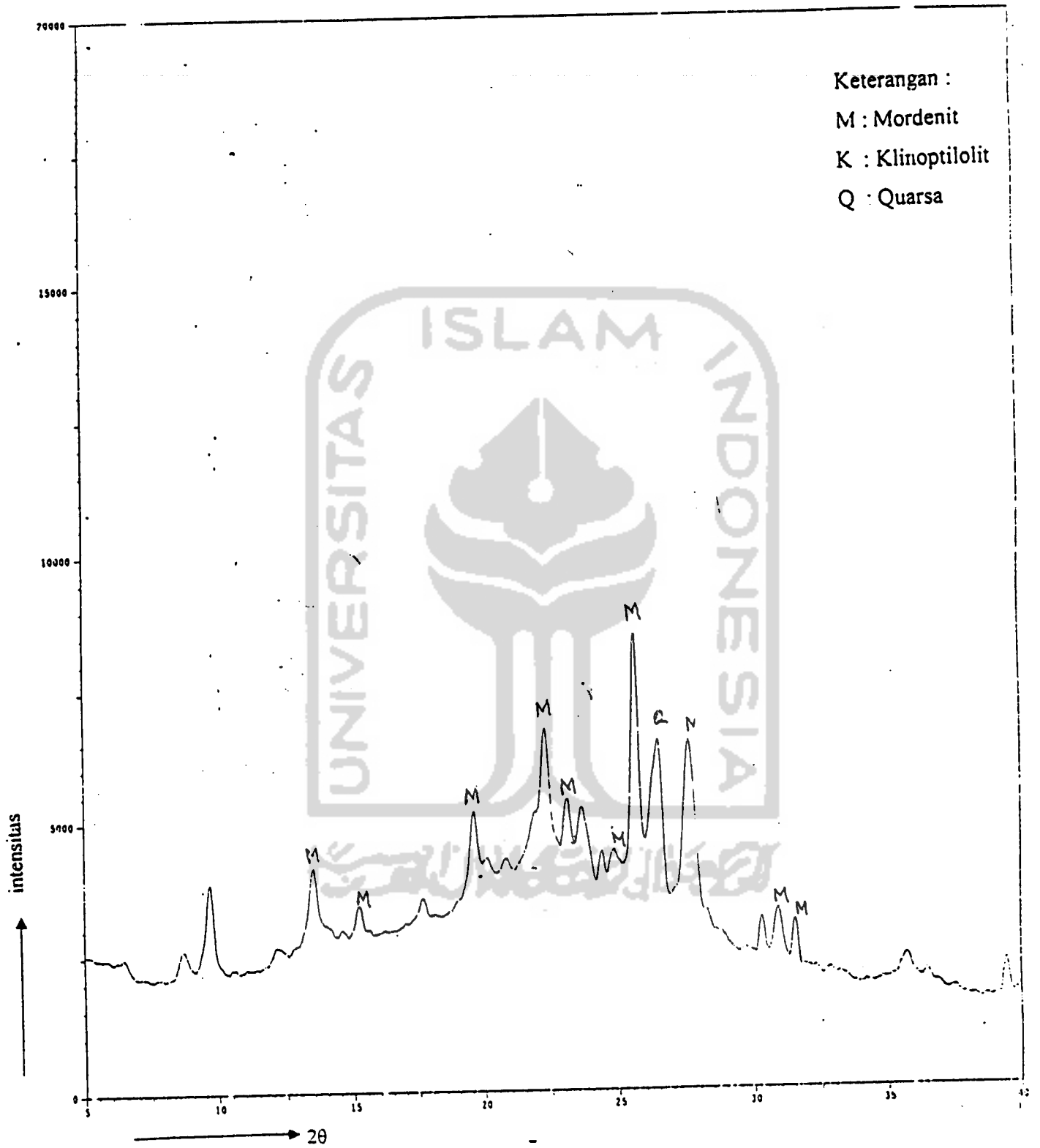
Difraksi sinar-X merupakan metode yang dipakai untuk menentukan struktur kristal suatu bahan yang dipreparasi dalam bentuk bubuk. Teknik ini sangat umum dipakai untuk karakterisasi kuantitatif dan kualitatif (Hamdan, 1992). Bila kristal ditembak dengan sinar-X yang dipancarkan dari sumber radiasi sinar-X maka akan didapat suatu pola yang merupakan karakteristik dari material tersebut. Teknik ini memberikan informasi kemurnian fasa dan perubahan kisi kristal.

Untuk mengklasifikasikan dan mengenali pola bubuk yang belum diketahui telah dikembangkan oleh Hanawalt pada tahun 1936 dengan menggunakan harga d (jarak antar bidang) dan intensitas relatif. Selanjutnya dibuatlah daftar indeks dalam bentuk kartu yang berisi d dan intensitas relatif mineral standar yang dinamakan Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS).

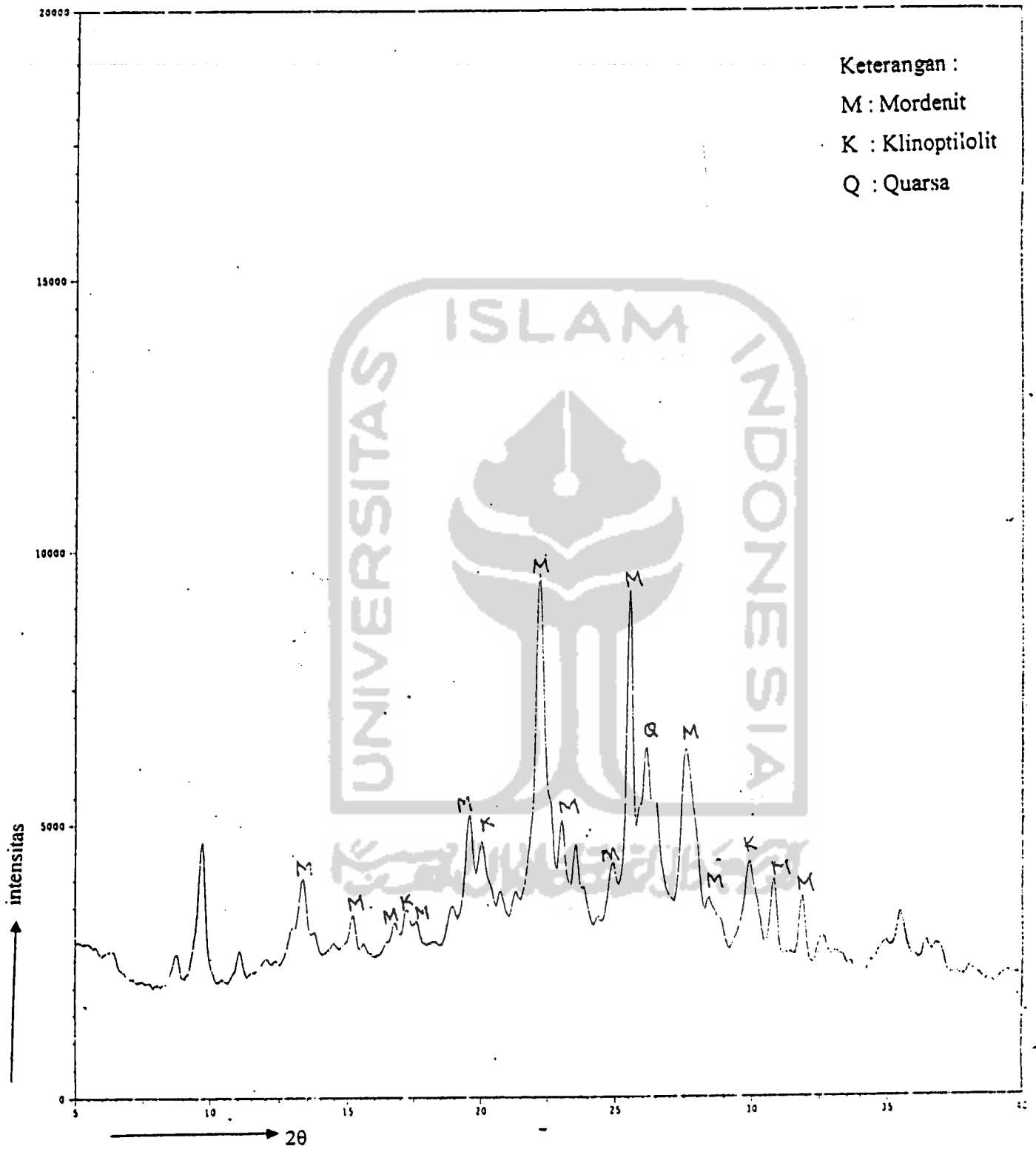
Pengukuran dengan difraksi sinar-X (XRD) dilakukan terhadap sampel zeolit yang telah diaktivasi dengan HCl pada variasi konsentrasi 1,0 M dan 6,0 M. Tujuan dari analisis ini adalah untuk membandingkan kristanilitas zeolit yang diaktivasi dengan HCl 1,0 M dengan zeolit yang diaktivasi dengan HCl 6,0 M. Data yang diperoleh ditunjukkan pada gambar 5.1, 5.2 dan 5.3.



Gambar 5.1 Difraktogram Zeolit Alam



Gambar 5.3 Difraktogram Zeolit Aktivasi HCl 6,0 M



Gambar 5.2 Difraktogram Zeolit Aktivasi HCl 1,0 M

Dari gambar 5.1, 5.2, dan 5.3 menunjukkan sampel tidak dalam keadaan murni karena banyak puncak yang muncul. Harga d yang muncul pada difraktogram disesuaikan dengan intensitas relatif mineral standar yang dinamakan *Joint Committee for Powder Diffraction Standard* (JCPDS) pada lampiran (4-6) dapat diambil kesimpulan bahwa zeolit memiliki kandungan zeolit Mordenit, Klinoptilolit dan Kuarsa. Harga d (jarak antar bidang) Mordenit, Klinoptilolit dan Kuarsa adalah sebagai berikut :

1. Adanya Mordenit ditunjukkan dengan adanya puncak pada $d = 3,22$ (I/I_1 100%), 13,7 (I/I_1 50%), 9,10 (I/I_1 90%), 6,61 (I/I_1 90%), 6,10 (I/I_1 50%), 5,79 (I/I_1 50%), 4,53 (I/I_1 80%), 4,00 (I/I_1 90%), 3,84 (I/I_1 60%), 3,48 (I/I_1 100%), 3,39 (I/I_1 90%).
2. Adanya Klinoptilolit ditunjukkan dengan adanya puncak pada $d = 3,971$ (I/I_1 100%), 3,910 (I/I_1 70%), 3,418 (I/I_1 45%), 3,383 (I/I_1 25%), 3,165 (I/I_1 40%), 2,976 (I/I_1 65%), 2,794 (I/I_1 45%), 8,99 (I/I_1 85%), 7,91 (I/I_1 40%), 5,12 (I/I_1 30%), 4,654 (I/I_1 30%).
3. Adanya Kuarsa ditunjukkan dengan adanya puncak pada $d = 3,343$ (I/I_1 100%), 2,458 (I/I_1 12%), 2,282 (I/I_1 12%), 2,237 (I/I_1 6%), 2,128 (I/I_1 9%), 1,817 (I/I_1 17%), 1,672 (I/I_1 7%), 1,541 (I/I_1 15%), 1,375 (I/I_1 11%), 1,372 (I/I_1 9%), 4,26 (I/I_1 35%).

Dari ketiga mineral tersebut, Mordenit dan Klinoptilolit yang termasuk kelompok mineral zeolit. Sedangkan kuarsa merupakan kelompok mineral silika.

Untuk mengetahui kerusakan kristal akibat proses aktivasi perlu dilihat intensitas setiap puncak. Penurunan puncak menunjukkan adanya kerusakan kisi

kristal. Secara teoritis total intensitas puncak sampel dibandingkan dengan total intensitas puncak dari standar akan menunjukkan persen kristanilitas relatif. Cara lain adalah dengan membandingkan intensitas puncak utama setiap sampel. Hal ini dapat dilihat dari adanya penurunan intensitas puncak pada $2\theta = 3,99$ yang merupakan puncak utama Klinoptilolit.

Tabel 5.1 Tabel Kristanilitas Sampel

Sampel Zeolit	Intensitas pada $2\theta = 3,99^\circ$	Kristanilitas Relatif * (%)
ZA	1273	100
ZAA(1)	457	36
ZAA(6)	328	26

Keterangan :

* = relatif terhadap zeolit alam

ZA = zeolit alam

ZAA(1) = zeolit alam aktivasi HCl 1,0 M

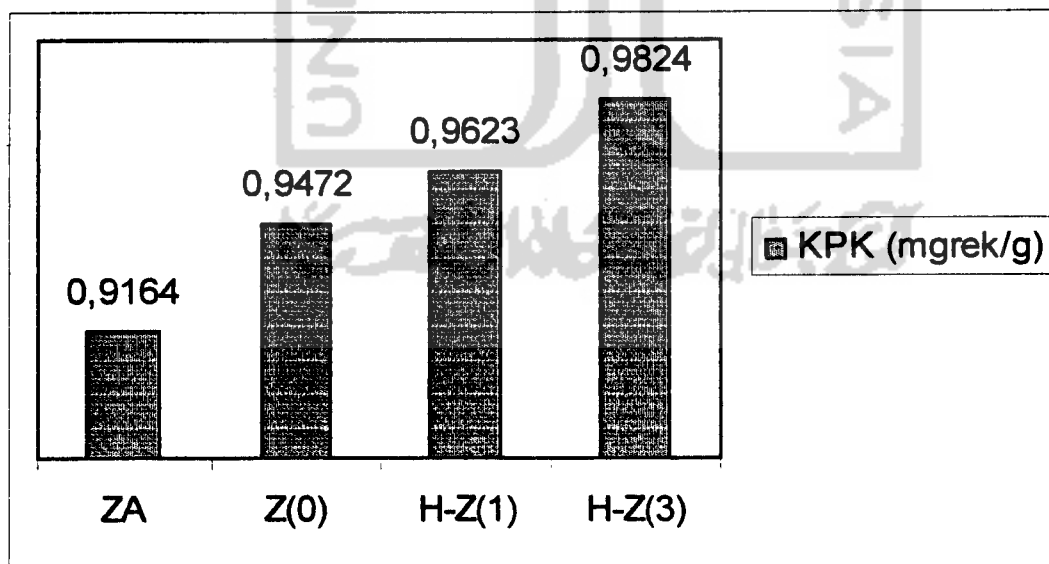
ZAA(6) = zeolit alam aktivasi HCl 6,0 M

Dari tabel 5.2 dapat dilihat bahwa perbedaan kristanilitas zeolit yang telah direfluks menggunakan HCl 1,0 M dengan yang direfluks HCl 6,0 M tidak terlalu signifikan sehingga untuk efisiensi penjenuhan zeolit dengan NH_4NO_3 dilakukan pada sampel ZAA(1).

b. Kapasitas pertukaran kation

Penentuan kapasitas pertukaran kation sampel zeolit dimaksudkan untuk mengetahui besar kapasitas masing-masing sampel sehingga besarnya konsentrasi kation yang akan menggantikan melalui penukar kation cuplikan zeolit tidak melebihi kapasitasnya. Pada penelitian ini kapasitas pertukaran kation ditentukan dengan metode *batch* yaitu dengan cara zeolit diaduk selama empat jam lalu disaring dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis.

Data kapasitas penukar ion diambil dari zeolit alam tanpa perlakuan awal (ZA), zeolit yang telah diaktivasi dengan asam tetapi belum dijenuhkan dengan NH_4NO_3 (Z(0)), zeolit aktivasi yang dijenuhkan dengan NH_4NO_3 1,0 M (H-Z(1)) dan yang dijenuhkan dengan NH_4NO_3 3,0 M (H-Z(3)). Perbandingan kapasitas pertukaran kation masing-masing sampel zeolit dapat dilihat pada gambar 5.4.



Gambar 5.4 Grafik kapasitas penukar kation

Gambar 5.4 menunjukkan kapasitas pertukaran kation zeolit alam $Z(0) < H-Z(1) < H-Z(3)$. Perbedaan kapasitas pertukaran kation ini mungkin terjadi karena perbedaan kekuatan interaksi elektrostatif kation-kation tertukar pada zeolit. Zeolit alam tanpa perlakuan awal memiliki kation-kation yang dapat dipertukarkan lebih dari satu macam. Berdasarkan analisis yang dilakukan oleh Husaini (1992) kation-kation yang terdapat pada zeolit alam adalah Na^+ , Ca^{2+} , K^+ dan Mg^{2+} dan beberapa menyatakan ada Fe, Ba dan Sr. Kation-kation tersebut diperkirakan dapat digantikan dengan kation-kation lain dengan kemampuan yang tidak sama.

Interaksi kation dengan zeolit dipengaruhi oleh kekuatan medan anionik ini akan mempengaruhi kemampuan pertukaran kation pada zeolit. Interaksi kation dengan kerangka anionik zeolit yang kuat menyebabkan kation tersebut tidak mudah digantikan oleh kation lain apabila kation yang menggantikan mempunyai interaksi yang kuat sehingga keberadaannya tidak mudah digantikan oleh kation NH_4^+ . Oleh karena itu kemampuan zeolit tanpa perlakuan awal untuk mengambil kation NH_4^+ adalah paling kecil.

Perlakuan aktivasi pada sampel zeolit dengan cara direfluks dengan HCl dapat menghilangkan senyawa pengotor dan mengakibatkan terbukanya sistem pori zeolit sehingga kemampuan pertukaran ion makin besar. Penjenuhan zeolit aktivasi dengan NH_4NO_3 melibatkan pertukaran kation NH_4^+ dengan kation-kation tertukar pada zeolit. Sampel H-zeolit diperoleh dari pemanasan $450^{\circ}C$ cuplikan NH_4 -zeolit. Interaksi H^+ pada kerangka anionik relatif lebih lemah dan lebih mudah digantikan

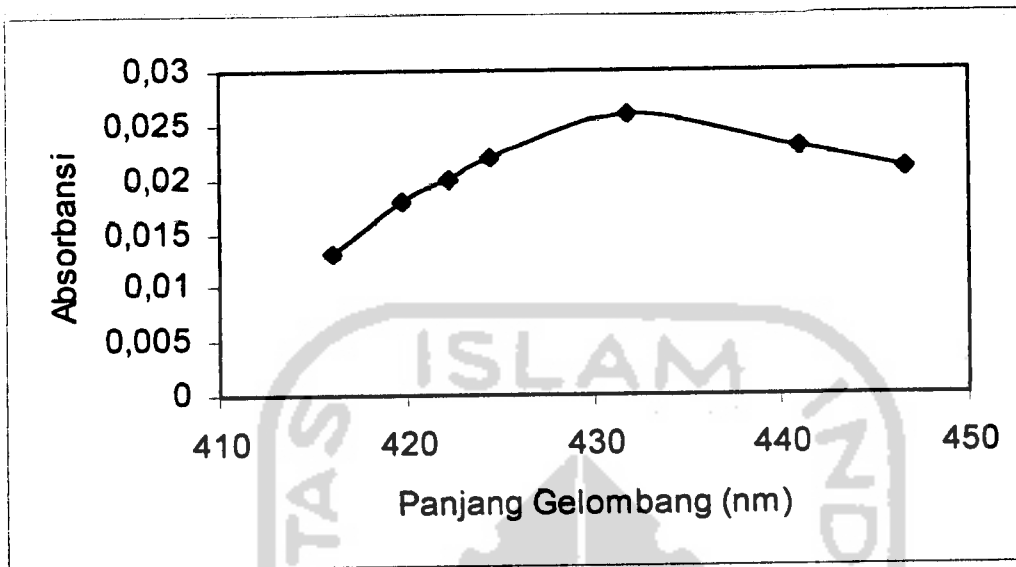
oleh kation NH_4^+ . H-zeolit yang telah dijenuhkan dengan NH_4NO_3 3,0 M lebih besar KPKnya dibandingkan yang dijenuhkan dengan NH_4NO_3 1,0 M. Hal ini dapat diasumsikan semakin tinggi konsentrasi NH_4^+ maka pertukarannya dengan kation-kation yang ada dalam zeolit semakin mudah dan H^+ yang terikat pada zeolit semakin besar sehingga daya tukar ionnya pun makin besar.

5.2 Analisis NH_4^+ Dengan UV- Visibel

a. Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$

Dalam analisis spektrofotometer ultra-violet tampak diperlukan suatu panjang gelombang yang memberikan suatu penyerapan maksimum dari senyawa yang akan dianalisis, karena pada serapan maksimum perubahan absorbansi yang disebabkan perubahan konsentrasi akan lebih sensitif.

Peraksi Nessler (K_2HgI_4) akan bereaksi dengan amonia membentuk senyawa kompleks berwarna merah kecoklatan dengan rumus empiris $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$. Menurut Hermawan senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$ mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 430 nm, maka penentuan panjang gelombang optimum pada penelitian ini dilakukan dengan cara mengukur absorbansi senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$ pada interval panjang gelombang 400-450 nm. Hasil pengamatan absorbansi dari beberapa panjang gelombang dapat dilihat pada gambar 5.5. Data selengkapnya disajikan dalam lampiran 1.



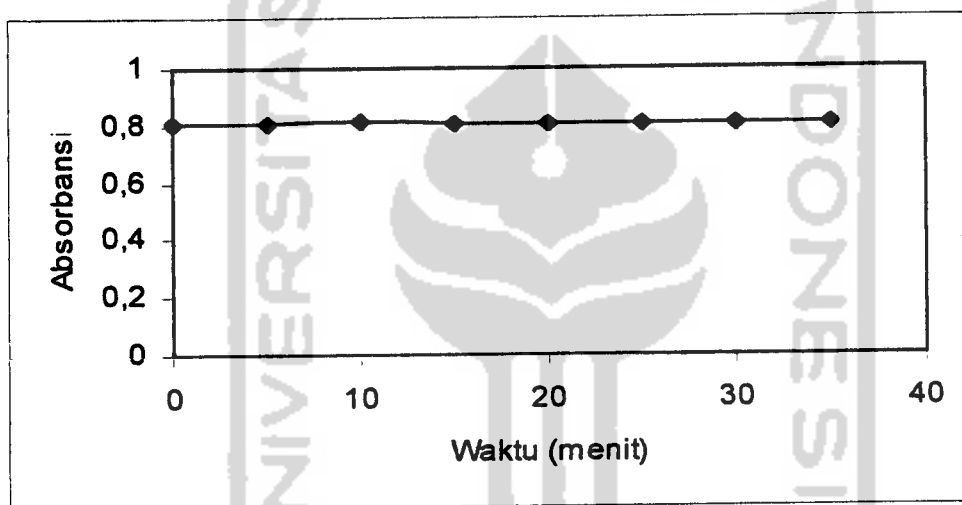
Gambar 5.5 Kurva panjang gelombang maksimum

Dari gambar 5.5 terlihat bahwa absorbansi tertinggi tercapai pada panjang gelombang 431,8. Jadi senyawa kompleks $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{I}_3$ memiliki panjang gelombang maksimum 431,8 nm. Hasil ini tidak jauh berbeda dengan hasil penelitian Hermawan (2000) yang menyatakan bahwa absorbansi maksimum pada panjang gelombang 430 nm. Dalam penelitian selanjutnya, pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 431,8 nm.

b. Penentuan waktu kestabilan kompleks

Pada umumnya senyawa kompleks mempunyai kestabilan yang terbatas, artinya pada waktu tertentu belum terbentuk sempurna tetapi dalam waktu yang relatif lama senyawa tersebut telah terurai. Pengukuran absorbansi senyawa

kompleks harus dilakukan pada saat pembentukan senyawa telah sempurna tetapi belum mengalami peruraian sehingga perlu dilakukan penentuan waktu dimana kompleks telah stabil. Penentuan waktu kestabilan kompleks dilakukan dengan mengukur absorbansi pada kurun waktu 35 menit dengan selang 5 menit. Hasil pengamatan secara lengkap disajikan dalam lampiran 2. Apabila dibuat kurva absorbansi lawan waktu maka terlihat seperti gambar 5.6.

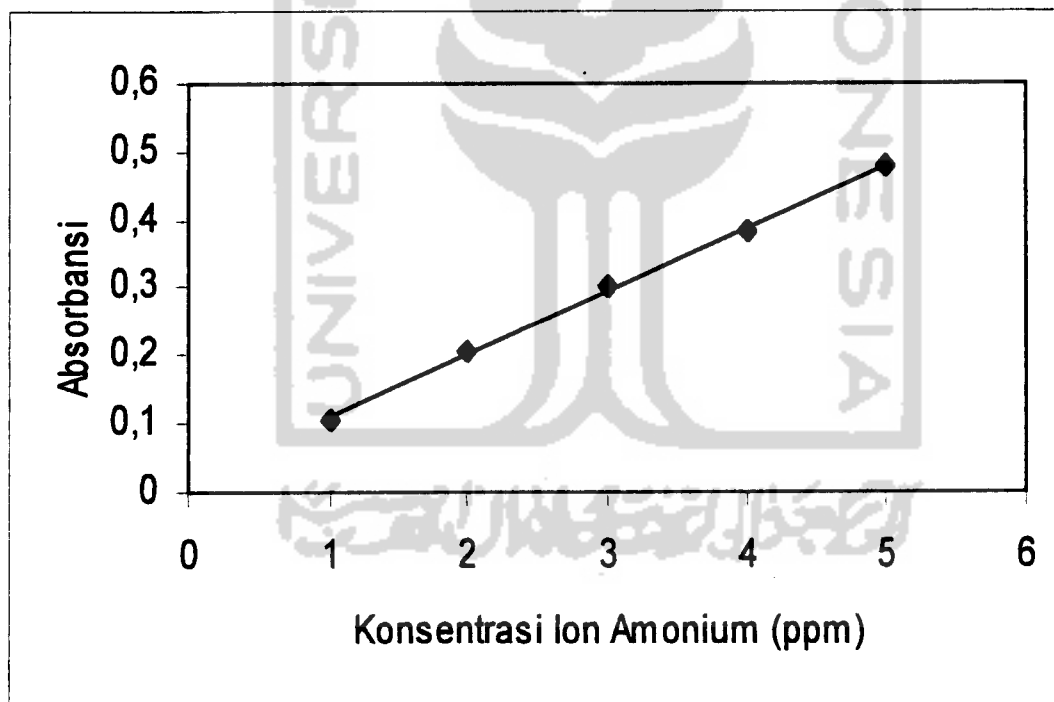


Gambar 5.6 Kurva penentuan waktu kestabilan kompleks

Dari gambar 5.6 terlihat bahwa absorbansi larutan kompleks tidak berubah secara signifikan dengan kenaikan waktu dan ini menunjukkan bahwa kompleks Nessler merupakan kompleks yang stabil. Berdasarkan data lampiran 2 absorbansi maksimal dicapai pada waktu 10 menit sehingga untuk penentuan absorbansi sampel selanjutnya, setelah pemberian Nessler sampel didiamkan 10 menit dulu baru diukur absorbansinya.

c. Kurva kalibrasi

Untuk menentukan konsentrasi NH_4^+ dalam sampel diperlukan kurva kalibrasi karena konsentrasi larutan sampel pada analisis spektrofotometri tidak dapat ditentukan secara langsung karena metode ini bukan merupakan metode analisis secara langsung. Untuk menentukan konsentrasi larutan sampel terukur dapat dicari dari data absorbansi masing-masing sampel sehingga perlu dibuat kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi didapat dengan menghitung absorbansi setiap larutan pada variasi konsentrasi. Dan bila dibuat grafik akan terlihat seperti gambar 5.7.



Gambar 5.7 Kurva kalibrasi

Dari gambar 5.7 dapat ditentukan persamaan regresi linearnya yaitu dengan koefisien korelasi $r = 0,9995$ dan didapatkan nilai $a = 0,0181$ sebagai intercept dan sebagai slope, $b = 0,0923$. Jadi persamaan regresi linear dari kurva diatas adalah :

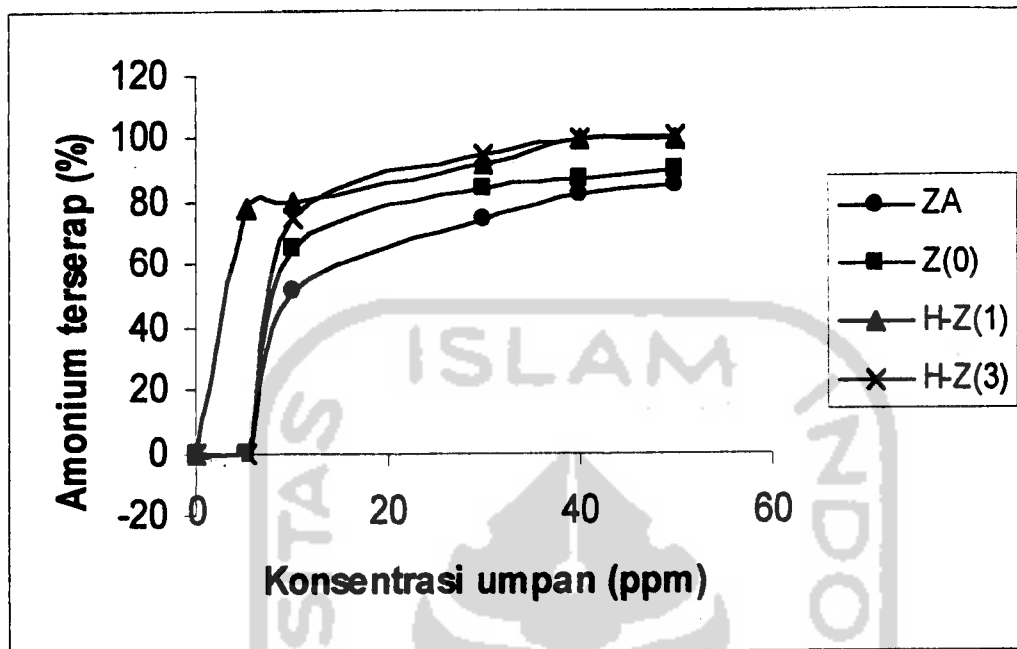
$$A = 0,0181 + 0,0923 [C]$$

Dari persamaan ini, dapat dipakai acuan untuk menentukan konsentrasi NH_4^+ .

d. Pola penyerapan NH_4^+

Pada penelitian ini proses pertukaran ion dalam sistem larutan dilakukan dengan cara kolom. Satu gram dari masing-masing sampel zeolit dimasukkan ke dalam kolom yang bagian bawahnya telah ditutup dengan glasswool. Demikian juga permukaan sampel zeolit ditutup dengan glasswool. Larutan NH_4^+ dengan variasi konsentrasi 5,0 ppm, 10,0 ppm, 20,0 ppm, 30,0 ppm, 40,0 ppm dan 50,0 ppm dilewatkan melalui kolom dengan kecepatan 2-5 mL tiap menit. Eluat ditampung dan ditentukan kadar ion amoniumnya dengan spektrofotometer UV-Vis.

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar 5.8.



Gambar 5.8 Grafik pola penyerapan zeolit pada berbagai konsentrasi

Dari grafik 5.8 dapat ditarik kesimpulan bahwa semua sampel zeolit dapat menukarkan ion NH_4^+ baik yang sudah diaktivasi maupun yang belum diaktivasi. Namun kecepatan pengambilan ion NH_4^+ oleh masing-masing sampel berbeda sesuai dengan harga kapasitas penukar ionnya. Pertukaran kation pada cuplikan zeolit memerlukan waktu kesetimbangan yang relatif singkat. Hal ini terjadi karena struktur kerangka zeolit memiliki rongga-rongga dan saluran-saluran sehingga mobilitas ion-ion untuk mencapai sisi aktif lebih mudah.

Dari gambar 5.8 terlihat bahwa semua sampel memiliki kecenderungan pola pertukaran yang sama, yaitu persen terserap naik dengan naiknya konsentrasi umpan. Pada konsentrasi rendah mobilitas spesies NH_4^+ juga rendah karena faktor tumbukan

dengan partikel sampel relatif kecil. Makin tinggi konsentrasi umpan maka jumlah spesies NH_4^+ yang terambil oleh zeolit makin tinggi. Hal ini dapat terjadi karena tumbukan yang terjadi cukup tinggi sehingga untu berinteraksi dengan sisi aktif lebih mudah.

Dari keempat sampel zeolit dapat dilihat bahwa zeolit alam tanpa perlakuan awal memiliki kemampuan tukar kation yang paling kecil. Hal ini disebabkan karena banyaknya pengotor dan sistem pori yang belum terbuka sedangkan zeolit yang telah diaktivasi dengan asam senyawa-senyawa pengotor telah hilang dan sistem pori telah terbuka sehingga daya tukar ionnya lebih besar.

Sampel zeolit yang sudah diaktivasi dengan asam dan dijenuhkan dengan NH_4NO_3 memiliki kemampuan tukar kation paling besar karena cuplikan H-zeolit lebih mudah digantikan oleh kation NH_4^+ . Sampel zeolit yang dijenuhkan NH_4NO_3 3,0 M lebih besar dibandingkan yang dijenuhkan dengan NH_4NO_3 1,0 M karena H^+ yang terikat pada zeolit lebih besar sehingga pertukaran kationnya juga besar.

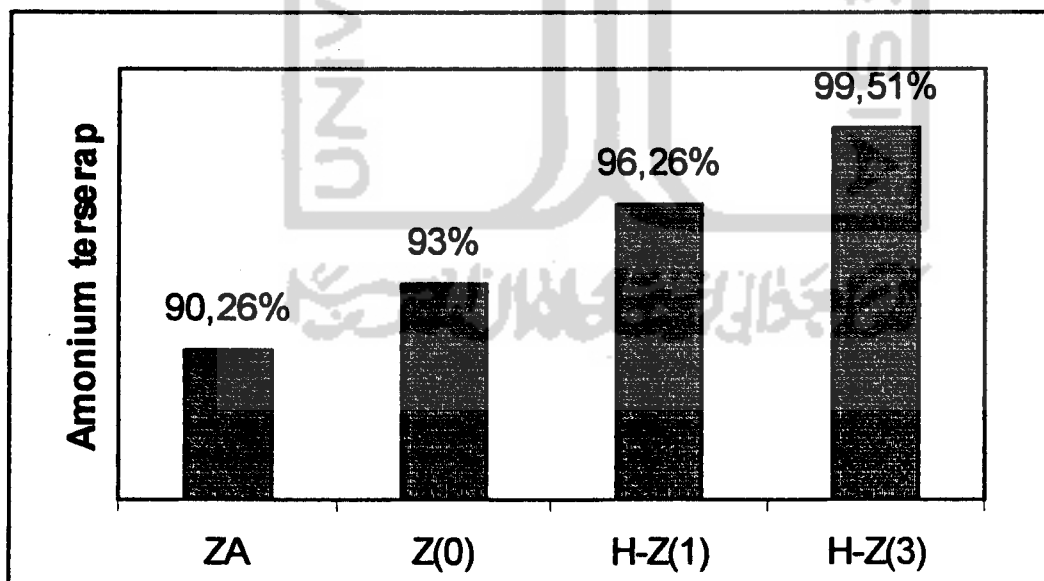
5.3 Aplikasi Zeolit Sebagai Penukar Kation NH_4^+ Pada Pengolahan Air Limbah Rumah Tangga

Sampel zeolit yang telah dibuat diaplikasikan sebagai penyerap NH_4^+ dari sampel air yang berasal dari IPAL Sewon, Bantul, Jogjakarta. Umpan air dilewatkan melalui kolom dengan kecepatan 2-5 mL per menit, kemudian kadar NH_4^+ setelah pertukaran ion dibandingkan dengan kadar NH_4^+ sebelum dipertukarkan. Data disajikan pada tabel 5.2.

Tabel 5.2 Kadar NH_4^+ yang tertukar oleh sampel zeolit dengan konsentrasi umpan 25,6663 ppm

Status perlakuan	Kandungan NH_4^+ (ppm) Setelah diadsorpsi	NH_4^+ yang terserap (%)
Diadsorpsi menggunakan ZA	2,4997	90,26
Diadsorpsi menggunakan Z(0)	1,7973	93
Diadsorpsi menggunakan H-Z(1)	0,9595	96,26
Diadsorpsi menggunakan H-Z(3)	0,1264	99,51

Dari data tabel 5.2 tersebut dapat terlihat adanya penurunan kadar NH_4^+ . Besarnya penurunan pada setiap sampel zeolit disajikan pada gambar 5.9.



Gambar 5.9 Grafik penyerapan zeolit pada air limbah rumah tangga

Dari gambar 5.9 dapat dilihat bahwa sampel zeolit mampu menurunkan kandungan NH_4^+ . Urutan kemampuan penyerapan NH_4^+ berturut-turut adalah : $\text{H-Z(3)} > \text{H-Z(1)} > \text{Z(0)} > \text{ZA}$. Hal ini sesuai dengan urutan KPK setiap sampel.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Aktivasi zeolit alam dengan penjuhan NH_4NO_3 dapat meningkatkan kapasitas pertukaran kation dengan urutan $\text{H-Z}(3) > \text{H-Z}(1) > \text{Z}(0) > \text{ZA}$, dimana KPK $\text{H-Z}(3)$ sebesar 0,9824 mgrek/g, $\text{H-Z}(1)$ sebesar 0,9623 mgrek/g, $\text{Z}(0)$ sebesar 0,9472 mgrek/g dan ZA sebesar 0,9164 mgrek/g.
2. Semua sampel zeolit memiliki pola pertukaran ion yang sama, yaitu persen ion amonium yang terserap naik dengan naiknya konsentrasi umpan.
3. Aktivasi terhadap sampel zeolit mampu menaikkan daya serap zeolit sebagai penukar ion NH_4^+ pada air limbah rumah tangga yaitu $\text{Z}(0)$ sebesar 93%, $\text{H-Z}(1)$ sebesar 96,26% dan $\text{H-Z}(3)$ sebesar 99,51% sedangkan ZA sebesar 90,26%.

6.2 Saran

Perlu dilakukan kajian terhadap laju alir adsorpsi, waktu jenuh sampel zeolit teraktivasi, konsentrasi NH_4^+ maksimal yang dapat tertukar.

Daftar Pustaka

- Barrer, R. M., 1992, *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*, Academic Press Inc., London.
- Darmawan, A., 1996, *Aktivasi Zeolit Alam Padalarang Dengan Larutan HCl dan H₂SO₄*, Skripsi, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Eliyanti, A., 1992, *Physical and Chemical Properties of Dealuminated Indonesian Natural Mordenite and Evaluation as a Cracking Catalyst*, Thesis, Pasca Sarjana, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Fatimah, I., 1997, *Aktivasi Zeolit Asal Cipatujah sebagai Adsorben dalam Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka*, Skripsi, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Hamdan, 1992, *Introduction to Zeolites : Synthesis, Characterization and Modification*, Universiti Teknologi Malaysia.
- Hermawan, 2000, *Studi Kasus Penggunaan Air (Pengujian, Analisa dan Interpretasi Data)*, Bagian-1, Mutu, Jakarta.
- Husaini, 1991, *Penelitian Pendahuluan Modifikasi Zeolit Alam Dengan Polimer Organik Kerjasama PPTM-GIRIT Jepang*, Buletin PPTM, Vol. 13, No. 3, Bandung.
- Husaini dan Suyartono, 1991, *Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakteristik dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia Yang Dilakukan PPTM Periode 1980-1991*, Buletin PPTM, Vol. 13, No. 4, Bandung.
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI-Press, Jakarta
- Mc Graw-Hill, 1992, *Encyclopedia of Science & Technology*, 7 th ed, vol. 19, New York.
- Mumpton, F.A. dan Sand, L.B., 1978, *Natural Zeolites Occurrence, Properties, Use*, first edition, Pergamon, London.
- Pecsok, R.L, Shield L.D., Cairns, T., Mc William, I.G., 1976, *Modern Methods of Chemical Analysis*, Second Edition, John Willey and Son, New York.

- Selinawati, T.D., 1994, *Pembuatan Mn Zeolit Bayah Untuk Menyerap Mangan Dalam Air*, Buletin PPTM, Vol. 16, No. 12, Bandung.
- Sudarmadji, S., Haryono, B., Suhardi, 1989, *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*, Liberty, Yogyakarta.
- Suganal, Basyuni Y., Suyadi T., Murner D. H., Purnawan W., 1990, *Pemanfaatan Zeolit Bayah Untuk Pengolahan NH_4^+ , NO_2^- dan NO_3^- dalam Air Buangan Industri Mono Sodium Glutamat di PT Miwon Indonesia Surabaya*, Buletin PPPTM, Vol.12, No. 3, Bandung.
- Sutarti, M. dan Rahmawati, M., 1994, *Zeolit Tinjauan Literatur*, cetakan ke-1, Pusat Dokumentasi dan informasi Ilmiah LIPI, Jakarta.
- Sutaryo, 1996, *Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Penukar Ion Amonium dalam Limbah Industri Penyamakan Kulit*, Skripsi, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Sutopo, F. X. R., 1991, *Pengkajian Karakteristik Zeolit Cikalong Tasikmalaya dan Pemanfaatannya Dalam Pengolahan Air*, PPTM, Bandung.
- Shih, W.H. , Chang H.L and Shen, Z. 1995, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 371, 39.
- Wibowo, H., 2001, *Karakteristik Adsorpsi Ion Logam Seng (II) dan Kadmium (II) pada Zeolit teraktivasi* , Skripsi, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Yurianto, B., 2001, *Pengaruh Aktivasi Asam Terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit Untuk Amonia dalam Air Limbah Industri Pupuk Urea*, Skripsi, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Lampiran 1. Tabel pengukuran panjang gelombang maksimum

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
415	0,009
416	0,013
419,8	0,018
422,2	0,020
424,4	0,022
429,8	0,023
431,0	0,024
431,8	0,026
434,4	0,024
441,0	0,023
446,6	0,021
450	0,020

Lampiran 2. Tabel waktu kestabilan kompleks

Waktu (menit)	Absorbansi
0	0,803
5	0,810
10	0,811
15	0,807
20	0,810
25	0,808
30	0,810
35	0,807

Lampiran 3. Tabel kurva kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0,107
2	0,205
3	0,301
4	0,382
5	0,480

Lampiran 4. Daftar harga d (jarak antar bidang) dan intensitas difraktogram mineral standar dari JCPDS mineral Klinoptilolit

Klinoptilolit		
dA	I/I₁	Hkl
8,99	85	020
7,91	40	200
5,12	30	111
4,654	30	131
3,971	100	400
3,910	70	421
3,418	45	222
3,383	25	311
3,165	40	422
2,976	65	151
2,794	40	530

Lampiran 5. Daftar harga d (jarak antar bidang) dan intensitas difraktogram mineral standar dari JCPDS mineral Mordenit

Mordenit		
dA	I/I₁	Hkl
13,7	50	110
9,10	90	200
6,61	90	111
6,10	50	021
5,79	50	201
4,53	80	330
4,00	90	150
3,84	60	241
3,48	100	202
3,39	90	060
4.22	100	530

Lampiran 6. Daftar harga d (jarak antar bidang) dan intensitas difraktogram mineral standar dari JCPDS mineral Kuarsa

Kuarsa		
dA	I/I₁	Hkl
4,26	35	100
3,343	100	101
2,458	12	110
2,282	12	102
2,237	6	111
2,128	9	200
1,1817	17	112
1,672	7	202
1,541	15	211
1,375	11	203
1,372	9	301



Lampiran 7. Data perhitungan KPK

Sampel	Kapasitas tukar kation (mgrek/g)
ZA	$0,9164 \pm 1,86.10^{-3}$
Z(0)	$0,9472 \pm 1,64.10^{-4}$
H-Z(1)	$0,9623 \pm 8,37.10^{-5}$
H-Z(3)	$0,9824 \pm 4,47.10^{-5}$



Lampiran 8. Data Perhitungan KPK

Sampel	Kapasitas tukar kation (mgrek/g)
ZA	$0,9164 \pm 1,86.10^{-3}$
Z(0)	$0,9472 \pm 1,64.10^{-4}$
H-Z(1)	$0,9623 \pm 8,37.10^{-5}$
H-Z(3)	$0,9824 \pm 4,47.10^{-5}$

Perhitungan absorbansi setiap sampel diukur 5 kali. Misal pada zeolit alam :

Zeolit alam

No.	Absorbansi	Konsentrasi	KPK
1.	0,759	8,0270	0,9197
2.	0,797	8,4388	0,9156
3.	0,798	0,9155	0,9155
4.	0,798	0,9155	0,9155
5.	0,797	0,9156	0,9156

Persamaan regresi linear :

$$0,0181 + 0,0923 \cdot C = A$$

$$0,0181 + 0,0923 \cdot C = 0,759$$

$$0,0923 \cdot C = 0,7409$$

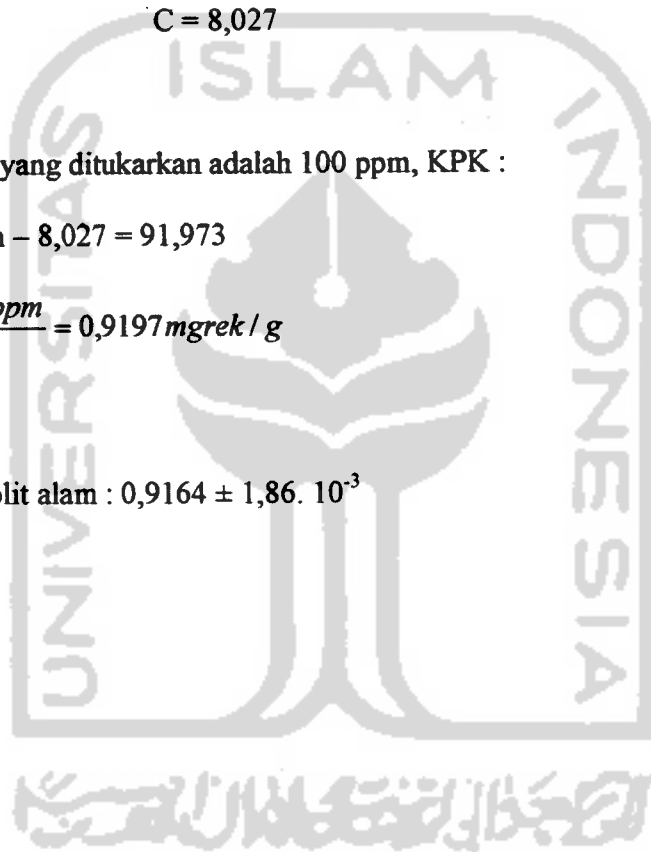
$$C = 8,027$$

Konsentrasi larutan yang ditukarkan adalah 100 ppm, KPK :

$$100 \text{ ppm} - 8,027 = 91,973$$

$$\frac{91,973 \text{ ppm}}{100} = 0,9197 \text{ mgrek / g}$$

jadi KPK untuk zeolit alam : $0,9164 \pm 1,86 \cdot 10^{-3}$



Lampiran 9. Uji statistik ketepatan dan ketelitian larutan NH_4NO_3 dengan Nessler

Sampel No.	Konsentrasi			
	1 ppm	3 ppm	5 ppm	10 ppm
1	0,175	0,238	0,346	0,818
2	0,147	0,273	0,359	0,783
3	0,149	0,261	0,362	0,789
X	0,157	0,257	0,356	0,796
SD	0,01562	0,01778	0,00850	0,01871

Jumlah sampel (n) = 3

t tabel (α ; n-1)

dapat dilakukan uji hipotesis pada $\alpha = 0,05$

➤ Hipotesis

H_0 : $\mu = 0,175$ (pengukuran tepat dan teliti)

H_1 : $\mu \neq 0,175$ (pengukuran tidak tepat dan tidak teliti)

➤ STATISTIK UJI

$$t = \frac{X - \mu_0}{s / \sqrt{n}}$$

$$t = \frac{0,157 - 0,175}{0,01562 / \sqrt{3}} = -2$$

➤ Kriteria uji : H_0 ditolak jika $t_{hit} < t_{tabel}$

Karena $-2 > -4,303$ maka H_0 diterima, berarti pengukuran tepat dan teliti

➤ Hipotesis

H_0 : $\mu = 0,238$ (pengukuran tepat dan teliti)

H_1 : $\mu \neq 0,238$ (pengukuran tidak tepat dan tidak teliti)

$$t = \frac{0,257 - 0,238}{0,01778 / \sqrt{3}} = 1,9$$

➤ Kriteria uji : H_0 ditolak jika $t_{hit} > t_{tabel}$

Karena $1,9 < 4,303$ maka H_0 diterima, berarti pengukuran tepat dan teliti

➤ Hipotesis

$H_0 : \mu = 0,346$ (pengukuran tepat dan teliti)

$H_1 : \mu \neq 0,346$ (pengukuran tidak tepat dan tidak teliti)

$$t = \frac{0,356 - 0,346}{0,00850 / \sqrt{3}} = 2,5$$

➤ Kriteria uji : H_0 ditolak jika $t_{hit} > t_{tabel}$

Karena $2,5 < 4,303$ maka H_0 diterima, berarti pengukuran tepat dan teliti

➤ Hipotesis

$H_0 : \mu = 0,818$ (pengukuran tepat dan teliti)

$H_1 : \mu \neq 0,818$ (pengukuran tidak tepat dan tidak teliti)

$$t = \frac{0,796 - 0,818}{0,1871 / \sqrt{3}} = -2,2$$

➤ Kriteria uji : H_0 ditolak jika $t_{hit} < t_{tabel}$

Karena $-2,2 < -4,303$ maka H_0 diterima, berarti pengukuran tepat dan teliti

Lampiran 10. Penentuan konsentrasi NH_4^+ dengan spektrofotometer UV-Vis

Panjang gelombang penentuan = 431,8 nm

1. Penentuan absorbansi eluat hasil adsorpsi dengan ZA

Konsentrasi umpan (ppm)	Absorbansi
10	0,474
30	0,653
50	0,759

2. Penentuan absorbansi eluat hasil adsorpsi dengan Z(0)

Konsentrasi umpan (ppm)	Absorbansi
10	0,366
30	0,475
50	0,590

3. Penentuan absorbansi eluat hasil adsorpsi dengan H-Z(1)

Konsentrasi umpan (ppm)	Absorbansi
10	0,218
30	0,247
50	0,039

4. Penentuan absorbansi eluat hasil adsorpsi dengan H-Z(3)

Konsentrasi umpan (ppm)	Absorbansi
10	0,234
30	0,175
50	0,021

Lampiran 11. Pengukuran konsentrasi NH_4^+ dalam sampel air limbah rumah tangga

Sampel diencerkan 10 kali

Sampel	Absorbansi	Absorbansi Rata-rata	Konsentrasi Rata-rata
I	0,268	0,268	2,7075
	0,267		
	0,268		
II	0,251	0,251	2,5233
	0,250		
	0,251		
III	0,245	0,246	2,4691
	0,246		
	0,248		
Konsentrasi rata-rata NH_4^+			2,56663

Konsentrasi NH_4^+ dalam sampel air = 25,6663 ppm

*** Basic Data Process ***

Group Name : Standard
 Data Name : Noris
 File Name : Noris.PKR
 Sample Name : Kondisi awal
 Comment : Zeolit Alam

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	31	27.5616	3.23373	100	0.13160	3241	27342
2	25	25.5791	3.47968	41	0.21290	1322	18347
3	17	22.2621	3.99008	39	0.37550	1273	21845

Peak Data List

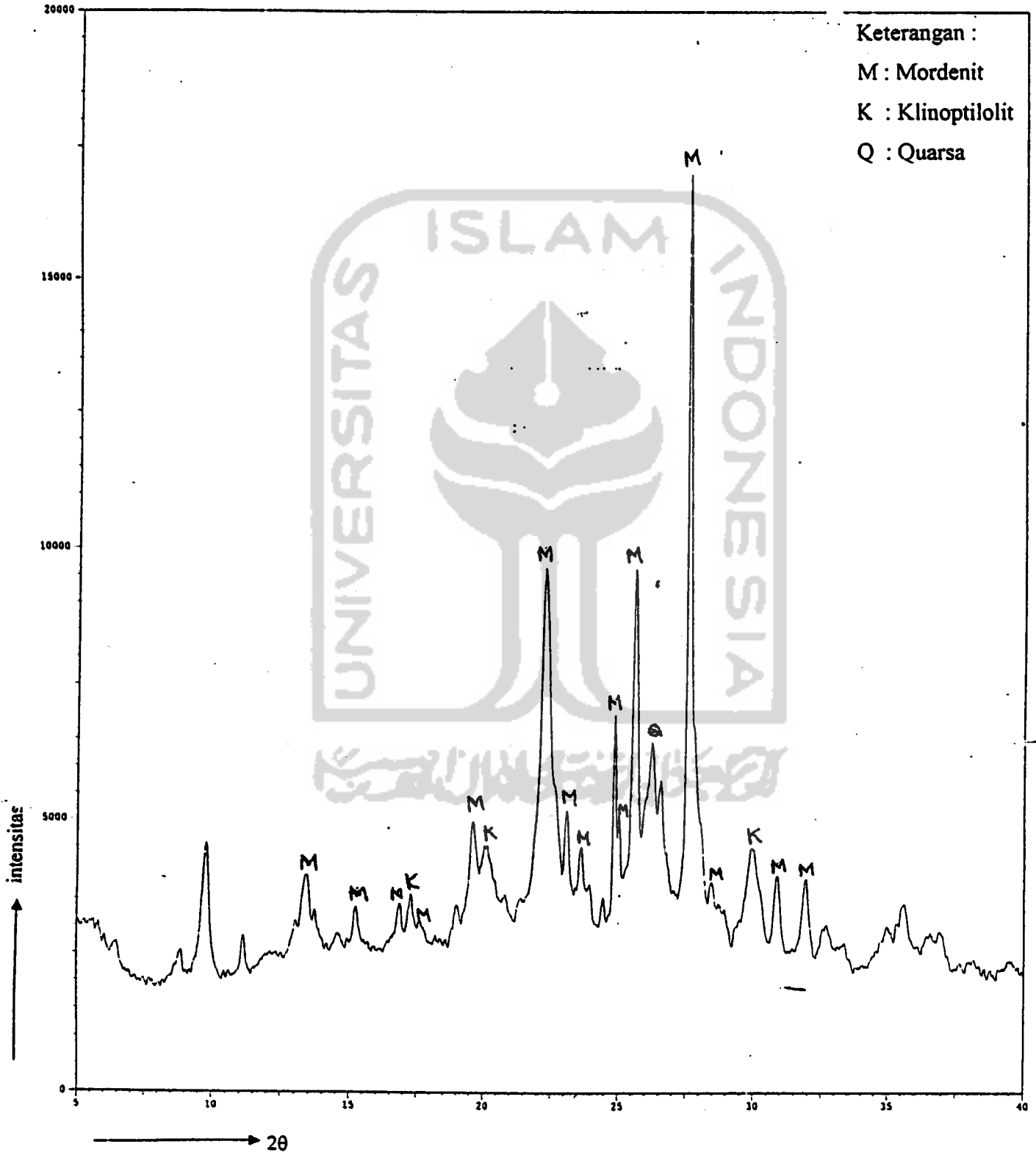
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	8.7829	10.06004	4	0.23580	115	2092
2	9.7181	9.09394	16	0.31030	514	9631
3	11.1079	7.95904	5	0.16420	154	1691
4	13.0000	6.80458	4	0.30000	138	2443
5	13.3540	6.62498	9	0.36440	296	4697
6	13.6800	6.46783	5	0.23560	169	2332
7	15.2134	5.81919	5	0.19680	170	2736
8	16.8249	5.26528	6	0.22620	180	2904
9	17.2414	5.13901	7	0.21990	216	2272
10	17.5800	5.04079	3	0.38860	107	2473
11	18.9783	4.67243	4	0.23330	135	2196
12	19.6074	4.52391	13	0.33410	425	6299
13	20.0000	4.43598	10	0.63640	317	7200
14	20.4000	4.34989	5	0.19580	148	1948
15	20.8000	4.26714	3	0.12000	100	1093
16	21.8600	4.06256	8	0.16000	273	3441
17	22.2621	3.99008	39	0.37550	1273	21845
18	22.6200	3.92775	14	0.34260	450	8545
19	23.0598	3.85383	12	0.20620	374	4536
20	23.6096	3.76531	8	0.20240	270	3400
21	23.9400	3.71409	4	0.13260	143	1367
22	24.4209	3.64203	3	0.11180	110	614
23	24.8408	3.58141	27	0.11880	872	5303
24	25.0129	3.55715	14	0.09470	438	2749
25	25.5791	3.47968	41	0.21290	1322	18347
26	25.9400	3.43208	11	0.00000	347	0
27	26.2200	3.39607	19	0.31800	609	10249
28	26.5400	3.35584	14	0.20680	453	4912
29	26.7600	3.32875	5	0.15640	176	1653
30	27.3200	3.26177	4	0.11600	115	1342
31	27.5616	3.23373	100	0.13160	3241	27342
32	27.8000	3.20654	20	0.00000	659	0
33	28.0400	3.17963	11	0.21820	358	7832
34	28.4542	3.13428	6	0.23240	183	2813
35	28.7000	3.10800	4	0.00000	124	0
36	28.9400	3.08277	4	0.12880	122	1696
37	29.4800	3.02751	4	0.44000	116	1738
38	29.6400	3.01153	6	0.14340	195	1097
39	29.9000	2.98594	12	0.39200	396	5565
40	30.0200	2.97427	11	0.00000	360	0
41	30.2800	2.94932	5	0.17260	178	4305
42	30.8372	2.89729	9	0.24370	298	4097
43	31.8692	2.80578	10	0.24500	313	4506
44	32.5200	2.75111	4	0.12600	141	1132

File Name : Standard
Sample Name : Kondisi awal
Date & Time : 02-21-02 10:51:21

Comment : Zeolit Alam

Condition

X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 5.0000 <-> 40.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



*** Basic Data Process ***

Group Name : Standard
 Data Name : Noris-5
 File Name : Noris-5.PKR
 Sample Name : HCl 1M
 Comment : Zeolit Alam

57

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	25	22.2282	3.99609	100	0.40260	1324	23033
2	32	25.5491	3.48370	98	0.26180	1294	28715
3	35	27.6793	3.22024	52	0.62920	689	21703

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	6.3290	13.95399	5	0.44030	66	2509
2	8.7371	10.11268	8	0.29430	111	2005
3	9.6878	9.12231	40	0.31900	523	9486
4	10.0600	8.78562	4	0.14340	48	648
5	11.0732	7.98391	8	0.24480	109	1606
6	11.9889	7.37608	5	0.42220	61	1266
7	12.3200	7.17858	4	0.35340	47	730
8	12.9800	6.81502	12	0.44580	158	3125
9	13.3273	6.63819	25	0.40070	334	5399
10	13.7600	6.43040	10	0.31000	131	2080
11	14.4600	6.12065	6	0.66860	77	2568
12	15.1674	5.83674	13	0.31310	168	2576
13	15.5800	5.68308	4	0.23500	58	806
14	16.4600	5.38118	4	0.21820	48	564
15	16.8033	5.27200	9	0.35330	113	1801
16	17.2000	5.15129	11	0.24000	148	1983
17	17.5800	5.04079	8	0.25000	103	1667
18	18.8800	4.69653	10	0.29240	128	2340
19	19.5837	4.52933	35	0.42810	458	12360
20	20.0200	4.43159	27	0.00000	351	0
21	20.3600	4.35835	14	0.00000	181	0
22	20.7000	4.28753	12	0.44000	157	4163
23	21.3200	4.16422	12	0.36000	153	2640
24	21.7800	4.07730	21	0.41760	278	6872
25	22.2282	3.99609	100	0.40260	1324	23033
26	22.6400	3.92433	35	0.29900	457	7484
27	23.0400	3.85709	31	0.33060	407	6997
28	23.5617	3.77286	24	0.31000	312	4785
29	23.8800	3.72328	11	0.25000	148	2280
30	24.3780	3.64834	3	0.14800	44	373
31	24.9200	3.57020	19	0.34460	245	5409
32	25.5491	3.48370	98	0.26180	1294	28715
33	26.1600	3.40372	52	0.00000	686	0
34	26.4800	3.36331	38	0.42580	500	15351
35	27.6793	3.22024	52	0.62920	689	21703
36	28.4600	3.13366	12	0.55000	153	4135
37	28.8600	3.09113	6	0.20000	80	826
38	29.5200	3.02350	5	0.10860	71	587
39	29.8800	2.98789	24	0.35760	312	5465
40	30.2200	2.95504	12	0.25100	163	2493
41	30.7963	2.90105	21	0.25700	283	3846
42	31.8436	2.80798	18	0.25200	237	3200
43	32.5894	2.74540	7	0.38370	98	1705
44	33.0400	2.70899	4	0.44000	51	1248

File Name : Standard

Sample Name : HCl 1M

Comment : Zeolit Alam

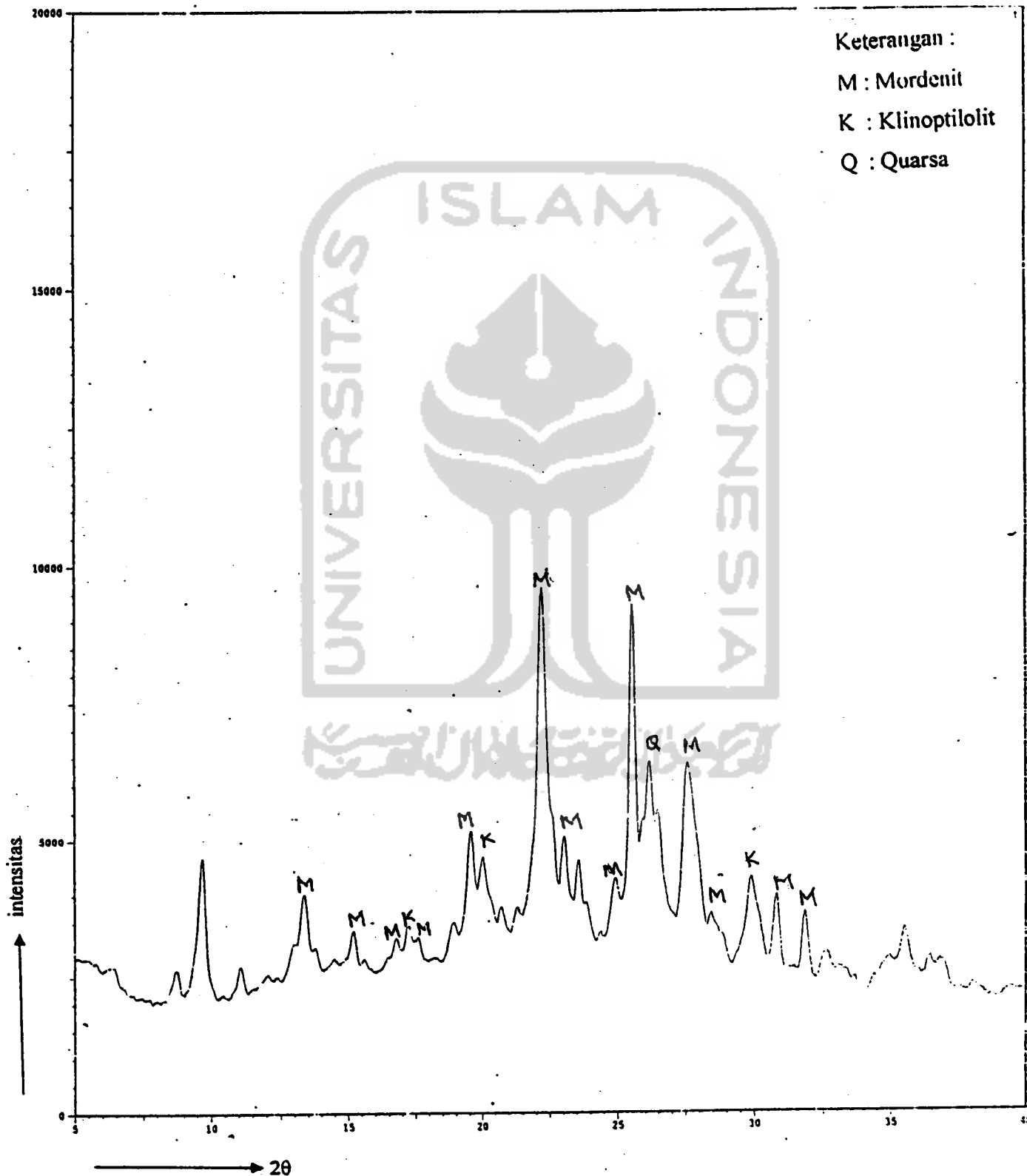
Date & Time : 02-21-02 11:32:33

Condition

X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA

Scan Range : 5.0000 <-> 40.0000 deg Step Size : 0.0200 deg

Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



roup Name : Standard
 ata Name : Noris-4
 ile Name : Noris-4.PKR
 ample Name : HCl 6M
 omment : Zeolit Alam

Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	24	25.6435	3.47109	100	0.31550	1050	17587
2	26	27.6484	3.22377	67	0.50610	707	18685
3	25	26.4015	3.37313	62	0.53930	652	18987

Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	6.4022	13.79460	4	0.44440	46	1278	
2	8.7036	10.15152	10	0.38910	102	2181	
3	9.3800	9.42095	8	0.21100	88	1195	
4	9.6800	9.12964	33	0.32660	345	5753	
5	12.1826	7.25924	6	0.42810	65	1533	
6	12.7600	6.93202	4	0.27340	45	662	
7	13.1000	6.75286	9	0.27640	93	1305	
8	13.4633	6.57144	31	0.40670	321	6296	
9	14.1200	6.26726	7	0.33000	73	1864	
10	14.5400	6.08715	5	0.42500	56	1104	
11	15.1833	5.83066	12	0.30670	130	2489	
12	17.6350	5.02519	8	0.31000	89	1842	
13	19.0000	4.66714	3	0.27420	35	814	
14	19.6024	4.52505	33	0.38820	351	5889	
15	20.0800	4.41849	14	0.79000	152	6507	
16	20.8200	4.26308	12	0.00000	127	0	
17	21.3200	4.16422	10	0.00000	101	0	
18	21.8000	4.07360	23	0.69140	245	7842	
19	22.2871	3.98566	58	0.45230	606	12439	
20	23.1280	3.84262	31	0.42040	328	7487	
21	23.6895	3.75279	29	0.53100	301	7429	
22	24.4112	3.64345	14	0.24910	148	1787	
23	24.8800	3.57585	15	0.42880	160	4397	
24	25.6435	3.47109	100	0.31550	1050	17587	
25	26.4015	3.37313	62	0.53930	652	18987	
26	27.6484	3.22377	67	0.50610	707	18685	
27	28.2600	3.15538	9	0.38540	94	2304	
28	28.7800	3.09954	4	0.49140	41	1159	
29	30.2772	2.94959	15	0.25200	153	2150	
30	30.8781	2.89355	20	0.36380	206	4072	
31	31.5133	2.83666	18	0.23710	190	2587	
32	32.7928	2.72884	3	0.29430	33	1250	
33	35.1200	2.55316	4	0.32000	42	998	
34	35.6378	2.51724	12	0.52440	127	3315	
35	36.0600	2.48873	5	0.00000	55	0	
36	36.4535	2.46277	8	0.44710	80	1622	
37	36.8400	2.43781	4	0.50000	41	1414	
38	39.4284	2.28353	15	0.24130	157	2016	
39	39.9800	2.25329	4	0.50000	44	580	

File Name : Standard
Sample Name : HCl 6M Comment : Zeolit Alam
Date & Time : 02-21-02 11:42:36
Condition
X-ray Tube : Cu(1.54060 Å) . Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 5.0000 <-> 40.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.30 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm

Keterangan :
M : Mordenit
K : Klinoptilolit
Q : Quarsa

