

SELESAI

PAMERAN

1-1 MAY 2003



LAPORAN PENELITIAN  
DIK SUPLEMEN UNIVERSITAS AIRLANGGA  
TAHUN ANGGARAN 1999/2000

## **ZEOLIT-H UNTUK MENGHILANGKAN KATION PENGGANGGU As (III), Pb (II) DAN Cu (II) PADA ANALISIS FOSFAT DENGAN METODE BIRU MOLIBDAT SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

**Peneliti :**

**Dra. MUJI HARSINI, M.Si.**

### **LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Dibiayai oleh : Dana DIK Suplemen Universitas Airlangga  
SK. Rektor : 9171/J03/PG/1999  
Tanggal : 23 September 1999  
Nomor Urut : 29

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Februari, 2000





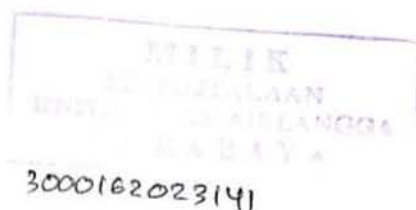
LAPORAN PENELITIAN  
DIK SUPLEMEN UNIVERSITAS AIRLANGGA  
TAHUN ANGGARAN 1999/2000

KKC  
KK  
543.0858  
Har  
Z

## ZEOLIT-H UNTUK MENGHILANGKAN KATION PENGGANGGU As (III), Pb (II) DAN Cu (II) PADA ANALISIS FOSFAT DENGAN METODE BIRU MOLIBDAT SECARA SPEKTROFOTOMETRI

Peneliti :

Dra. MUJI HARSINI, M.Si.

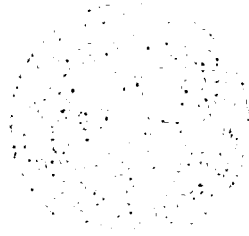


### LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai oleh : Dana DIK Suplemen Universitas Airlangga  
SK. Rektor : 9171/J03/PG/1999  
Tanggal : 23 September 1999  
Nomor Urut : 29

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS AIRLANGGA

Februari, 2000



UNIVERSITAS AIRLANGGA  
FACULTY OF SCIENCE  
DEPARTMENT OF CHEMISTRY

LABORATORY OF ANALYTICAL CHEMISTRY

NO. 1000000000

NOTES ON THE STUDY OF ZEOLITE

by MUJI HARSINI

MILIK  
PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA

# LEMBAGA PENELITIAN

1. Puslit Pembangunan Regional
2. Puslit Obat Tradisional
3. Puslit Pengembangan Hukum (592358-4)
4. Puslit Lingkungan Hidup (5995718)
5. Puslit Pengembangan Gizi (5995720)
6. Puslit/Studi Wanita (5995722)
7. Puslit Olah Raga
8. Puslit Bioenergi
9. Puslit Kependudukan dan Pembangunan (5995719)
10. Puslit/ Kesehatan Reproduksi

Kampus C Unair, Jl. Mulyorejo Surabaya 60115 Telp. (031) 5995246, 5995248, 5995247 Fax. (031) 5995246  
E-mail : lpunair@rad.net.id - http://www.geocities.com/Athens/Olympus/6223

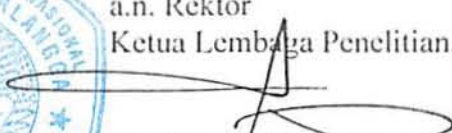
## IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN

1. a. Judul Penelitian : Zeolit-H Untuk Menghilangkan Kation Pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada Analisis Fosfat dengan Metode Biru Molibdat Secara Spektrofotometri  
b. Macam Penelitian : ( ) Fundamental, (V) Terapan, ( ) Pengembangan  
c. Katagori Penelitian : ( ) I (V) II ( ) III
2. Kepala Proyek Penelitian
  - a. Nama Lengkap dan Gelar : Dra. Muji Harsini, M.Si
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. Pangkat/Golongan dan NIP : Penata Tk. I (Gol. III/d) 131 836 617
  - d. Jabatan Sekarang : Staf Pengajar
  - e. Fakultas/Puslit/Jurusan : MIPA
  - f. Univ./Inst. /Akademi : Universitas Airlangga
  - g. Bidang Ilmu Yang Diteliti : Kimia Analisis
3. Jumlah Tim Peneliti : 1 (satu) orang
4. Lokasi Penelitian : Fakultas MIPA Unair
5. Kerjasama dengan Instansi Lain
  - a. Nama Instansi : -
  - b. Alamat : -
6. Jangka Waktu Penelitian : 6 (enam) bulan
7. Biaya Yang Diperlukan : Rp 3.000.000,00
8. Seminar Hasil Penelitian
  - a. Dilaksanakan Tanggal : 7 Juni 2001
  - b. Hasil Penelitian : ( ) Baik Sekali (V) Baik  
( ) Sedang ( ) Kurang

Surabaya, 7 Juni 2001



Mengetahui/Mengesahkan :  
a.n. Rektor  
Ketua Lembaga Penelitian,

Prof. Dr. H. Sarmanu, M.S.   
NIP. 130 701 125

3000162023141



## DAFTAR ISI

	LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN .....	ii
	DAFTAR ISI .....	iii
	RINGKASAN .....	iv
	UCAPAN TERIMA KASIH .....	vi
	DAFTAR TABEL .....	vii
	DAFTAR GAMBAR .....	viii
<b>BAB I</b>	<b>PENDAHULUAN</b>	
	1.1. Latar Belakang Masalah .....	1
	1.2. Masalah Penelitian .....	2
<b>BAB II</b>	<b>TINJAUAN PUSTAKA</b>	
	2.1. Tinjauan Umum Tentang Zeolit .....	3
	2.2. Tinjauan Tentang Fosfat dan Metode Analisisnya .....	9
	2.3. Teori Spektrometri untuk Analisis Kuantitatif .....	10
<b>BAB III</b>	<b>TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN</b>	
	3.1 Tujuan Penelitian .....	13
	3.2. Manfaat Penelitian .....	13
<b>BAB IV</b>	<b>METODE PENELITIAN</b>	
	4.1 Bahan Penelitian .....	14
	4.2. Alat Penelitian .....	14
	4.3. Penyiapan Bahan dan Pembuatan Reagen .....	14
	4.4. Prosedur Penelitian .....	16
	4.5. Penyajian dan Analisis Data .....	18
<b>BAB V</b>	<b>HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>	
	5.1. Penentuan Kapasitas Pertukaran Kation (KPK) .....	19
	5.2. Kurva Standar Fosfat .....	20
	5.3. Adsorpsi Fosfat oleh Zeolit .....	21
	5.4. Pemisahan dan Penentuan Fosfat dengan adanya Ion Pengganggu Menggunakan Kolom Zeolit .....	24
<b>BAB VI</b>	<b>KESIMPULAN</b> .....	27
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	.....	28

## RINGKASAN

**ZEOLIT-H UNTUK MENGHILANGKAN KATION PENGGANGGU As(III), Pb(II) DAN Cu(II) PADA ANALISIS FOSFAT DENGAN METODE BIRU MOLIBDAT SECARA SPEKTROFOTOMETRI (Muji Harsini, 2001, 28 halaman)**

Penelitian ini dilakukan untuk menjawab permasalahan (1). berapakah harga kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H; (2). apakah zeolit-H dapat menyerap ion fosfat; (3).apakah zeolit-H dapat memisahkan dan menghilangkan kation-kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) yang mengganggu analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari teknik analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri yang didahului dengan penghilangan kation-kation pengganggu As(III), Pb(II), dan Cu(II) dengan menggunakan zeolit-H sebagai penukar ion. Untuk itu dalam penelitian ini akan dipelajari: (1). penentuan kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H, (2). pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit-H, (3). pemisahan dan penentuan fosfat dengan adanya pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) menggunakan zeolit-H dengan metode biru molibdat.

Penentuan kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) serta kapasitas adsorpsi fosfat pada zeolit-H dilakukan dengan mengalirkan masing-masing larutan yang mengandung ion tersebut di atas dengan konsentrasi tertentu pada kolom yang berisi zeolit-H. Konsentrasi awal dan akhir larutan As(II) dan larutan fosfat ditentukan dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri sedangkan konsentrasi Pb(II) dan Cu(II) dengan spektrometri serapan atom. Pemisahan dan penentuan fosfat dengan adanya ion pengganggu menggunakan kolom zeolit-H dilakukan dengan metode berikut. Ke dalam kolom yang telah berisi 2,00 g zeolit dialirkan 20,0 mL larutan campuran fosfat:arsen(III) = 10:1 (perbandingan mol), efluen ditampung dan kadar fosfat ditentukan dengan metode biru molibdat. Dengan cara yang sama dilakukan terhadap larutan fosfat:timbal(II) = 10:1 dan fosfat:tembaga(II) = 5:1.

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H -50 mesh berturut-turut adalah 20,40; 31,46; dan 9,08 mek/100 g. Zeolit-H dapat menyerap ion fosfat dengan kapasitas yang sangat kecil yaitu 0,48 mek/100 g. Penyerapan tidak berarti jika kadar fosfat semakin besar. Zeolit-H dapat digunakan untuk menghilangkan kation pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri pada kondisi percobaan yaitu pada konsentrasi minimal fosfat adalah 20 mmol untuk 100 g zeolit.

Mengingat harga kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H tidak terlalu besar, maka untuk menerapkan metode ini hanya dapat dilakukan terhadap larutan fosfat dengan adanya ion-ion pengganggu tersebut di atas dengan konsentrasi yang tidak terlalu besar.

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga:  
(No Kontrak 795/JO3.2/PG/1999)



## UCAPAN TERIMA KASIH

*Alhamdulillah*, seluruh pujian dan syukur hanya tertuju kepada Allah *Subhanahu wa ta'ala*, yang telah memberikan rahmat-Nya sehingga penelitian saya yang berjudul "Zeolit-H Untuk Menghilangkan Kation Pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) Pada Analisis Fosfat dengan Metode Biru Molibdat Secara Spektrofotometri" dapat diselesaikan.

Pada kesempatan ini, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- 1. Ketua Lembaga Penelitian Universitas Airlangga, yang telah memberikan kesempatan dan dana penelitian;
- 2. Dekan FMIPA, Ketua Jurusan Kimia dan Kepala Laboratorium Kimia Analitik Universitas Airlangga yang telah memberikan kesempatan dan fasilitas penelitian;
- 3. Teman-teman sekalian, yang telah memberikan dorongan semangat dan masukan-masukan penelitian

Mudah-mudahan Allah mencatatnya sebagai amal yang baik. Amin.

Surabaya, November 2000

Penulis.

**DAFTAR TABEL**

abel 2.1.	Data perbandingan antara klinoptilolit dan Ca-klinoptilolit .....	7
abel 5.1.	Penentuan KPK As(III), Pb(II) dan Cu(II) .....	19
abel 5.2.	Harga absorbansi larutan untuk pembuatan kurva standar .....	20
abel 5.3.	Uji pendahuluan pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit .....	21
	pada beberapa konsentrasi	
abel 5.4.	Hasil pengukuran konsentrasi dan prosen recovery larutan .....	22
	fosfat pembanding	
abel 5.5.	Pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit .....	23
abel 5.6.	Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu arsen .....	24
abel 5.6.	Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu timbal .....	25
abel 5.6	Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu tembaga... ..	26

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Penggambaran stuktur zeolit .....	4
Gambar 2.2.	Bentuk dasar penyusun struktur zeolit .....	5
Gambar 2.3.	struktur mordenit .....	6
Gambar 2.4.	Struktur klinoptilolit .....	7
Gambar 4.1.	Peralatan pemisahan fosfat dari ionAs(III), Pb(II) dan Cu(II) .....	18

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1. Latar Belakang Permasalahan

Dalam menganalisis kandungan suatu zat dalam bahan, adakalanya banyak mengalami gangguan dari zat lain yang seringkali ada bersama-sama dalam bahan tersebut. Untuk menghilangkan zat-zat pengganggu dalam analisis dapat dilakukan dengan beberapa cara, antara lain pengendapan selektif, penambahan zat pengompleks, reaksi oksidasi-reduksi selektif, ekstraksi pelarut, pertukaran ion, pengatsirian dan kromatografi (Basset, 1994).

Analisis ion fosfat yang paling sering dan mudah dilakukan adalah dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri. Pada analisis ion fosfat dengan metode ini, kehadiran ion  $As(III)$ ,  $Pb(II)$  dan  $Cu(II)$  akan mengganggu analisis. Metode yang biasa digunakan untuk menghilangkan kation-kation pengganggu tersebut adalah pengatsirian untuk kation pengganggu  $As(III)$ , sedangkan untuk kation  $Cu(II)$  dan  $Pb(II)$  dihilangkan dengan melewati larutan pada kolom resin penukar kation (Basset, 1994).

Metode pengatsirian dibutuhkan waktu yang lama, relatif rumit, dan kurang aman, sedangkan pemisahan menggunakan resin polimer organik sebagai penukar ion membutuhkan biaya mahal. Untuk itu perlu dicari alternatif bahan penukar ion yang mudah didapat dan harganya jauh lebih murah yaitu zeolit alam.

Zeolit adalah mineral dengan struktur molekul berongga yang dibentuk oleh tetrahedral alumina ( $AlO_4^{5-}$ ) dan silikat ( $SiO_4^{4-}$ ) dengan rongga-rongga di dalamnya terisi oleh ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan dikelilingi oleh molekul-molekul



air (Barrer, 1978). Ion-ion logam ini dapat dipertukarkan dengan kation lain sehingga zeolit dapat digunakan sebagai penukar kation. Untuk meningkatkan kapasitas pertukaran kation zeolit, sebelum digunakan diperlakukan terlebih dahulu dengan pengasaman sehingga terbentuk zeolit-H (Vansant, 1990).

Dalam penelitian ini zeolit-H diharapkan dapat digunakan untuk menghilangkan kation-kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri. Larutan sampel fosfat yang mengandung ion-ion pengganggu dilewatkan pada kolom yang berisi zeolit-H. Dengan cara ini diharapkan kation-kation pengganggu akan terikat pada zeolit melalui pertukaran kation sedangkan fosfat yang bermuatan negatif akan dibiarkan lolos dari kolom dan siap dianalisis.

Penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui kemampuan zeolit-H dalam menukar kation-kation yang dapat mengganggu analisis fosfat, yaitu dengan mempelajari kapasitas pertukaran zeolit terhadap kation As(III), Pb(II) dan Cu(II), pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit-H dan penentuan fosfat dengan adanya ion pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) menggunakan zeolit-H dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri.

## 1.2. Masalah Penelitian

1. Berapakah harga kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H?
2. Apakah zeolit-H dapat menyerap ion fosfat ?
3. Apakah zeolit-H dapat memisahkan dan menghilangkan kation-kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) yang mengganggu analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri ?

**BAB II****TINJAUAN PUSTAKA****1. Tinjauan Umum Tentang Zeolit**

Istilah zeolit pertama kali diperkenalkan oleh Cronstedt untuk memberikan nama pada mineral yang ditemukan pada tahun 1756. Kata zeolit berasal dari dua kata Yunani yaitu 'zein' dan 'lithos' yang artinya batu mendidih. Nama ini mencerminkan sifat zeolit yang dapat menghamburkan uap, seperti air mendidih jika dipanaskan (Dyer, 1994).

Kristal-kristal zeolit halus biasanya ditemukan melapisi rongga dan pecahan-pecahan pada batuan basah di daerah vulkanik. Rongga-rongga tersebut terbentuk oleh gelembung cairan magma, dan zeolit tumbuh sebagai hasil reaksi kimia pada magma dari cairan tersebut. Endapan-endapan yang lebih padat terdapat sebagai butiran-butiran kristal yang sangat kecil, tetapi beberapa dari endapan ini sangat besar. Zeolit kadang-kadang ditemukan pada tanah alkali kering yang kaya akan garam. Tebal lapisan yang kaya akan zeolit dapat mencapai beratus-ratus meter (Barrer, 1978).

Dilihat dari asal mulanya, zeolit merupakan jenis mineral sekunder, yaitu mineral yang terbentuk melalui perubahan batuan yang telah ada. Hanya analcime dan natrolite menunjukkan sebagai mineral primer, yaitu mineral yang terbentuk dari kristalisasi magma secara langsung.

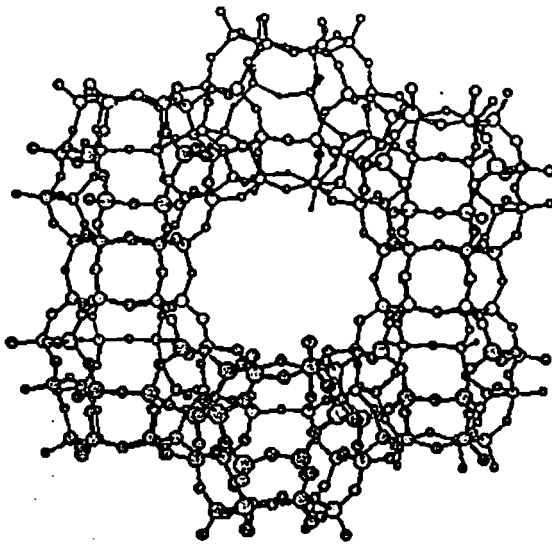
Pada saat ini telah diidentifikasi sekitar 40 jenis zeolit alam dan berhasil disintesis sebanyak 150 jenis zeolit buatan. Perkembangan pengetahuan tentang sifat-sifat, cara sintesis dan modifikasi zeolit mendorong penggunaan zeolit di berbagai proses industri,

tidak hanya sebagai adsorben selektif dan penukar kation, tetapi juga sebagai katalis (Subagio, 1993).

Di Indonesia, zeolit alam dapat ditemukan di daerah Bayah (Banten Selatan), Sukabumi, Tasikmalaya, Bogor, Lampung, dan beberapa tempat di Jawa Timur tepatnya di Pacitan, Ponorogo, Blitar dan Malang.

### 2.1.1. Struktur Zeolit

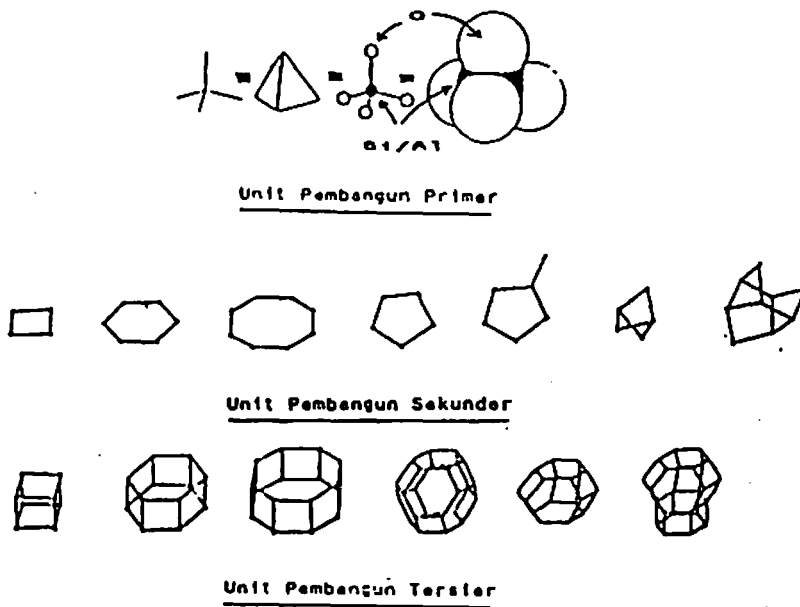
Struktur zeolit dapat digambarkan seperti sarang lebah dengan saluran-saluran dan rongga-rongga yang dihasilkan oleh sambungan-sambungan kaku tetrahedral (Dyer, 1994).



Gambar 2.1. Struktur zeolit

Unit-unit dasar penyusun kristal zeolit adalah tetrahedral silika  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan alumina  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ , yang disebut unit pembangun primer. Unit-unit pembangun primer bergabung dengan satu sama lain dengan cara menggunakan setiap satu atom oksigen secara bersama, membentuk cincin tunggal maupun ganda dengan 4,5,6 dan 8 tetrahedral. Dengan cara yang sama unit pembangun sekunder berikatan satu sama lain dengan

berbagai kombinasi membentuk struktur ruang yang disebut unit pembangun tersier. Sedangkan kristal zeolit merupakan rangkaian tiga dimensi unit pembangun tersier tersebut (Subagjo, 1993).



Gambar 2.2. Bentuk-bentuk dasar menyusun struktur kristal zeolit

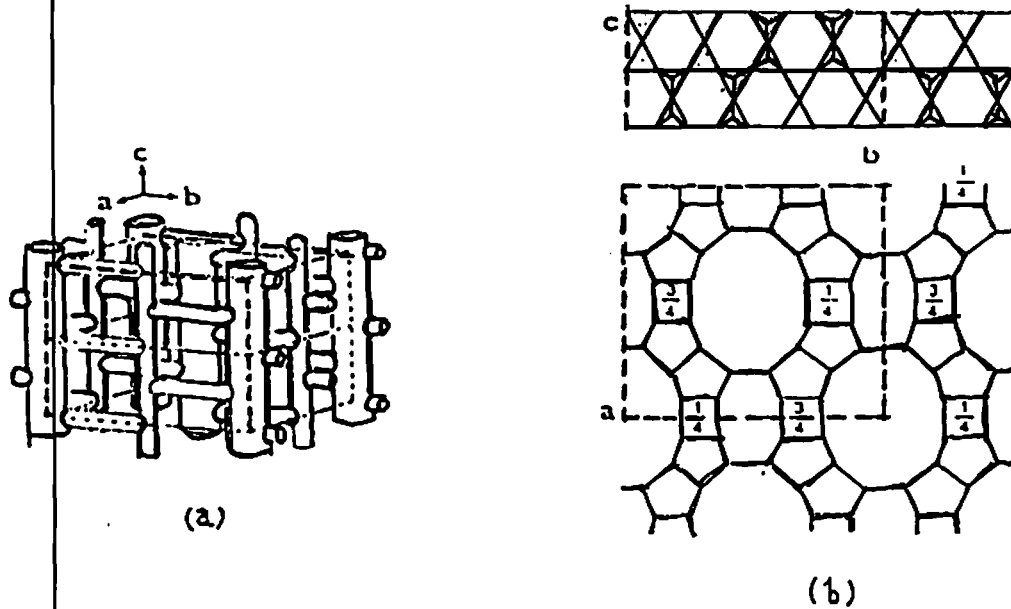
### 2.1.2 Beberapa Jenis Zeolit

Zeolit yang ditemukan di Indonesia pada umumnya memiliki komposisi yang tidak jauh berbeda, yaitu jenis mordenit dan klinoptilolit.

a. *Mordenit*, disebut juga ptilolit, adalah salah satu jenis zeolit yang tersebar luas di alam, dengan massa jenis  $2,15 \text{ g.cm}^{-3}$ . Parameter sel satuan mordenit sederhana bervariasi antara  $a=1,8052-1,8168 \text{ nm}$ ;  $b=2,0527 \text{ nm}$  dan  $c=0,7501-0,7537 \text{ nm}$  (Gambar 2.3.a). Struktur mordenit ditunjukkan dengan sistem cincin yang tersusun dari 8-12 cincin yang berhubungan paralel searah sumbu  $b$  dan 8 cincin searah dengan sumbu  $c$  (Gambar 2.3.b). Komposisi kimia mordenit bervariasi dalam rentang yang sempit. Rasio  $Si/Al$  berkisar antara 4,5-5,5. Kation yang dapat dipertukarkan terdiri dari kalium dan natrium dengan komposisi yang berbeda-beda, serta sedikit kalium dan magnesium. Umumnya, kation-



ation terletak pada pusat cincin 8 yang sempit dan tertutup. Hanya cincin-cincing yang besar dan terbuka untuk proses difusi kation. Diameter cincin yang beranggotakan 12 aluran adalah 0,67 nm, tetapi diketahui bahwa mineral ini mengadsorpsi molekul dengan diameter tidak lebih dari 0,42 nm (Tsitsishvili, 1992).



Gambar 2.3. Struktur mordenit

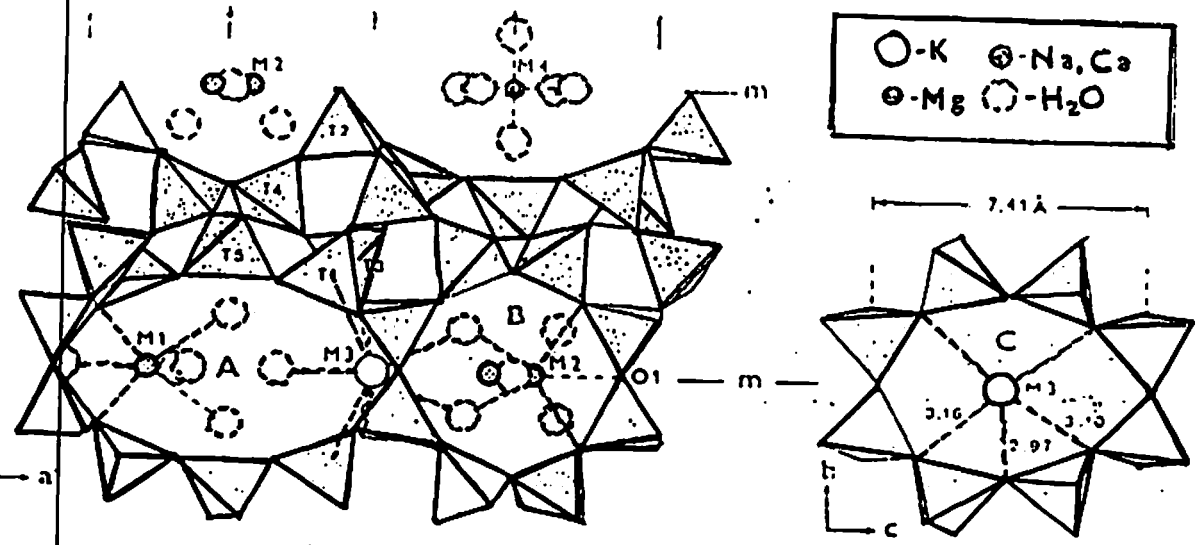
o. *Klinoptilolit*, adalah mineral yang tersebar paling luas di alam. Komposisi kimia dari klinoptilolit terkarakterisasi dengan rasio Si/Al yang berubah dengan cepat seperti perubahan-perubahan pada susunan kation-kation yang dapat dipertukarkan. Zeolit jenis ini mengandung kation-kation yang dapat dipertukarkan yaitu kalsium, serta sedikit barium dan stronsium, pada klinoptilolit dengan kadar silika rendah, dan kalium, natrium dan magnesium pada klinoptilolit dengan kadar silika tinggi. Pada umumnya klinoptilolit dengan kadar silika tinggi disebut dengan "klinoptilolit" dan klinoptilolit dengan kadar silika yang rendah disebut dengan "Ca-klinoptilolit". Untuk logam-logam golongan alkali,

klinoptilolit secara karakteristik mengandung kalium, meskipun ada juga klinoptilolit yang ditemukan di alam dengan kandungan natrium yang tinggi.

Tabel 2.1. Data perbandingan antara klinoptilolit dan Ca-klinoptilolit

	Ca-klinoptilolit	Klinoptilolit
Si/Al	4,0-4,5	4,5-5,5
Ca:Na:K	Ca > Na ≤ K	Ca < Na ≤ K
Dekomposisi, °C	450-550	750
Kestabilan pada 20 °C	-	Bulan sampai tahun
Indeks refraksi rata-rata	1,490-1,478	1,490-1,478

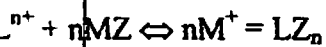
Struktur kristal klinoptilolit adalah tetrahedral (Si,Al)O<sub>4</sub> yang membentuk suatu lapisan, dimana lapisan-lapisan ini terikat dengan atom oksigen pada suatu bentuk yang simetris dan membentuk jaringan tiga dimensi (Gambar 2.4). Kristal klinoptilolit ini mudah dikenali dari bentuknya yang berupa lempengan tipis yang memanjang sepanjang sumbu-c.



Gambar 2.4. Struktur klinoptilolit

### 2.1.3. Pertukaran Ion pada Zeolit

Pertukaran ion pada zeolit dapat dituliskan dengan persamaan reaksi:



dengan L adalah kation dalam fasa larutan, n adalah valensi kation dalam larutan, sedangkan M adalah kation mobil dari zeolit. Jadi, pertukaran ion adalah reaksi kimia yang reversibel antara fasa padat (penukar ion) dan fasa cair (larutan) dengan perantaraan ion-ion yang dapat dipertukarkan dari satu fasa ke fasa lain, tanpa mengubah struktur fasa padat.

Kapasitas pertukaran kation (KTK) zeolit didefinisikan sebagai kapasitas zeolit untuk menyerap dan mempertukarkan kation yang dinyatakan dalam miliekivalen per 100 gram berat kering zeolit. KTK dapat mengacu pada kapasitas total dan kapasitas operasi (Kirk, 1981). Kapasitas total adalah jumlah total sisi yang dapat digunakan untuk pertukaran ion, ditentukan setelah regenerasi mineral zeolit. Regenerasi dilakukan dengan pencucian mineral zeolit menggunakan larutan tertentu. Harganya diperoleh ketika sistem mencapai kesetimbangan (Barrer, 1978). Kapasitas operasi adalah pengukuran kinerja berguna yang diperoleh dari materi penukar ion jika materi tersebut beroperasi dalam suatu kolom dengan kondisi-kondisi tertentu. Kapasitas ini ditentukan oleh sejumlah faktor, yaitu kapasitas total, tingkat regenerasi, komposisi larutan, spesifitas zeolit, kecepatan aliran melalui kolom, suhu, ukuran partikel dan sebagainya.

Kadang-kadang pertukaran kation dapat digambarkan sebagai penyaringan ion jika suatu kation khusus (terhidrasi atau tidak terhidrasi) terlalu besar untuk memasuki semua atau sebagian dari struktur internal zeolit.

## 2. Tinjauan Tentang Fosfat dan Metode Analisisnya

### 2.1. Fosfat

Fosfat menyusun  $\pm 0,1$  % kerak bumi dan terdapat dalam bermacam-macam mineral fosfat seperti  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ,  $\text{Ca}_3\text{F}(\text{PO}_4)_3$  dan  $\text{Ca}_3\text{Cl}(\text{PO}_4)_3$ . Mineral fosfat ini kebanyakan digunakan untuk penyubur tanah, dan untuk membentuk fosfor-fosfor sederhana yang akan diubah menjadi senyawa-senyawa fosfor. Kalsium fosfat adalah penyusun utama tulang, gigi dan protein-protein yang mengandung fosfor (Jolly, 1966).

Ada tiga macam bentuk ion fosfat yang dikenal yaitu: ortofosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), pirofosfat ( $\text{P}_2\text{O}_7^{2-}$ ) dan metafosfat ( $\text{PO}_3^-$ ). Garam-garam dari ketiga bentuk fosfat ini benar-benar ada. Ortofosfat adalah bentuk yang paling stabil dan paling penting sehingga fosfat ini sering disebut sebagai fosfat saja, larutan piro dan metafosfat berubah menjadi ortofosfat pelan-pelan pada suhu biasa, dan lebih cepat dengan pendidihan (Svehla, 1985)

### 2.2. Penentuan Fosfat dengan Metode Biru Molibdat

Ada dua metode yang lazim digunakan untuk penentuan fosfat, yaitu metode biru molibdat dan metode fosfovanadomolibdat. Metode fosfovanadomolibdat kurang sensitif dibandingkan dengan biru molibdat, kompleks yang dibentuk antara fosfat, amonium vanadat, dan amonium vanadat, dan amonium molibdat berwarna kuning cerah dan absorbansinya dapat diukur antara 460–480 nm.

Prinsip penentuan fosfat dengan metode biru molibdat adalah sebagai berikut. Ion ortofosfat dan molibdat berkondensasi dalam larutan asam menghasilkan asam molibdofosfat (asam fosfomolibdat), yang pada reduksi selektif menggunakan hidrazinium sulfat, menghasilkan warna biru, yang disebut biru molibdat yang tidak pasti susunannya.

intensitas warna biru sebanding dengan banyaknya fosfat yang mula-mula dimasukkan dalam asam heteropoli. Jika keasaman pada waktu reduksi adalah 0,5 M asam sulfat dan reduktornya adalah hidrazinium sulfat, maka kompleks biru yang dihasilkan memperlihatkan absorpsi pada 820-830 nm.

Ion yang membentuk asam heteropoli, seperti silikat, arsenat, germanat, dan tungstat tidak boleh ada. Silikat dapat dipisahkan dengan mengasapkan asam perklorat untuk mendehidrasi asam silikat dan membuatnya tidak larut. Arsenat dapat diatsirika sebagai arsen (III) bromida dari dalam suatu larutan asam bromida, asam sulfat, timah dan germanium dapat diatsirikan bersamaan. Timbal, stibium, dan tembaga mengganggu. Logam-logam pengganggu ini dan lainnya dapat dihilangkan dengan melewati larutan dalam kolom penukar kation (Bassett, 1994).

### 3. Teori Spektrofotometri untuk Analisis Kuantitatif

Bila cahaya monokromatis jatuh pada medium yang homogen, sebagian dari sinar yang masuk akan dipantulkan, sebagian diserap dalam medium itu, dan sebagian sisanya diteruskan. Jika intensitas sinar masuk dinyatakan dengan  $I_0$ , intensitas sinar terserap  $I_a$ , intensitas sinar diteruskan  $I_t$ , dan intensitas sinar terpantulkan adalah  $I_r$ , maka:

$$I_0 = I_a + I_t + I_r$$

Untuk antarmuka udara-kaca sebagai pengguna sel kaca, 4 % cahaya yang masuk dipantulkan.  $I_r$  biasanya diabaikan dengan penggunaan suatu blanko, jadi:

$$I_0 = I_a + I_t \quad (1)$$

**Hukum Lambert**, menyatakan bahwa bila cahaya monokromatis melewati medium tembus cahaya, intensitas cahaya yang dipancarkan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya ketebalan medium yang menyerap. Hukum ini dapat dinyatakan oleh persamaan diferensial

$$-\frac{dI}{dl} = kI \quad (2)$$

Dengan  $I$  adalah intensitas cahaya masuk dengan panjang gelombang cahaya tertentu,  $l$  adalah tebalnya medium, dan  $k$  adalah faktor kesebandingan. Integrasi (2) dan mengambil  $I = I_0$  untuk  $l = 0$  akan memperoleh:

$$\ln \frac{I}{I_0} = -kl \quad (3)$$

Angka banding  $I/I_0$  adalah bagian dari cahaya yang masuk yang diteruskan oleh medium setebal  $l$  dan disebut transmitansi  $T$ . Kebalikan  $I_0/I$  adalah keburaman dan absorbansi  $A$  medium adalah:

$$A = \log I_0/I \quad (4)$$

**Hukum Beer**, menyatakan intensitas cahaya monokromatik berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi zat penyerap secara linier.

$$I = I_0 \cdot e^{-k'c} \quad (5)$$

Dengan  $c$  konsentrasi, dan  $k'$  dan  $K'$  tetapan. Penggabungan (4) dan (5) akan menghasilkan (6):

$$I = I_0 \cdot 10^{-0.4343K'c} = I_0 \cdot 10^{-K'c} \quad (6)$$

$$I_t = I_o \cdot 10^{-acI} \quad (7)$$

$$\text{atau } \log I_o / I_t = acI \quad (8)$$

Persamaan ini adalah persamaan fundamental dari spektrofotometri yang sering disebut sebagai hukum Beer- Lambert. Nilai  $a$  tergantung konsentrasi. Jika  $c$  dinyatakan dalam mol/L dan  $l$  dalam sentimeter maka  $a$  diberi lambang  $\epsilon$  dan disebut koefisien absorpsi molar.

$$A = \epsilon cl = \log \frac{I_o}{I_t} = \log \frac{1}{T} = -\log T \quad (9)$$



**BAB III****TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN****3.1. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari teknik analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri yang didahului dengan penghilangan kation-kation pengganggu As(III), Pb(II), dan Cu(II) dengan menggunakan zeolit-H sebagai penukar ion. Untuk itu dalam penelitian ini akan dipelajari:

1. penentuan kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H,
2. pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit-H,
3. pemisahan dan penentuan fosfat dengan adanya pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) menggunakan zeolit-H dengan metode biru molibdat.

**3.2. Manfaat Penelitian**

Dari hasil penelitian diharapkan dapat diperoleh metode baru untuk menghilangkan kation pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada penentuan fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri menggunakan zeolit-H sebagai bahan penukar kation.



## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **4.1. Bahan Penelitian**

Bahan penelitian yang digunakan adalah zeolit alam yang berasal dari Gunung Kidul Jogjakarta, yang diperoleh dari PT. Zeolita Prima. Hasil analisis dengan difraksi sinar-X menunjukkan zeolit ini terdiri dari campuran mordenit dan klinoptilolit (Zakiyah, 1999). Bahan kimia yang digunakan berderajat pro analisis antara lain kalium dihidrogen fosfat anhidrat, arsen(III) oksida, tembaga(II) sulfat pentahidrat, timbal(II) nitrat, amonium molibdat, asam klorida, asam sulfat, asam nitrat, hidrazinium sulfat dan akuademineralisata (akuadem)

#### **4.2. Alat Penelitian**

Alat yang digunakan antara lain adalah spektrofotometer Shimadzu UV-1201, spektrofotometer serapan atom Shimadzu AA 6500, lumpang dan mortar agat, ayakan 50 mesh, kolom kromatografi  $\phi$  1,5 cm dan panjang 25 cm, serta peralatan gelas yang lazim digunakan.

#### **4.3. Penyiapan Bahan dan Pembuatan Reagen**

##### **4.3.1. Pembuatan zeolit-H**

Sebanyak 50 gram zeolit alam yang telah berupa butiran kasar direndam dan diaduk dalam larutan 500 ml. HCl 0,5M selama 1,5 jam, selanjutnya dicuci dengan akuadem sampai netral dan dikeringkan pada suhu  $\pm 110$  °C (Vansan, 1990). Setelah kering

zeolit ini ditumbuk dan diayak dengan ayakan berukuran 50 mesh, sehingga diperoleh zeolit-H dengan ukuran  $\sim$ 50 mesh.

**b. Pereaksi molibdat**

Sebanyak 5,0 gram amonium molibdat,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3 M sampai volume 500 mL.

**c. Larutan hidrazinium sulfat**

Sebanyak 0,75 g hidrazinium sulfat dilarutkan dalam akuadem sampai volume 500 mL.

**d. Larutan induk fosfat 0,1M**

Sebanyak 6,8045 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  ( $M_r = 136,09$ ) dilarutkan dalam akuadem dan dipindahkan ke dalam labu takar 500 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas.

**e. Larutan tembaga (II) 0,1M**

Sebanyak 2,4968 g  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ( $M_r = 249,68$ ) dilarutkan dalam akuadem dan dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas.

**f. Larutan timbal (II) 0,1M**

Sebanyak 3,3120 g  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ( $M_r=331,20$ ) dilarutkan dalam akuadem dan dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas.

**g. Larutan arsen (III) 0,1M**

Sebanyak 0,9892 g  $\text{As}_2\text{O}_3$  ( $M_r=197,84$ ) dilarutkan dalam HCl pekat sampai tepat larut dan dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas.

**4.4. Prosedur Penelitian****4.4.1. Penentuan Kapasitas Pertukaran Kation (KPK)**

Disiapkan kolom kromatografi, pada ujung kolom disumbat dengan sedikit kapas, di dalamnya diisikan 2,00 g serbuk zeolit-II. selanjutnya ke dalamnya dialirkan 20,0 mL larutan As(III) 0,10 M. Efluen ditampung dan kadar As(III) ditentukan dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri (Basset, 1994). Jumlah As(III) yang tertukar adalah selisih kadar As(III) awal dan kadar As(III) efluen. Ditentukan harga KPK dalam mek/100 g. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan Pb(II) 0,25 M dan Cu(II) 0,25M. Kadar masing-masing logam sebelum dan setelah dilewatkan zeolit ditentukan dengan spektrometer serapan atom.

$$\text{KPK} = mM_{\text{awal}} - mM_{\text{akhir}} \times \frac{\text{volume larutan (mL)}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{100 \text{ g}}{\text{g zeolit}} \times \text{muatan ion}$$

#### 4.4.2 Pembuatan Kurva Standar Fosfat

Disiapkan 6 gelas piala 25 mL masing-masing diisi 0, 50, 75, 100, 125 dan 150  $\mu\text{L}$  larutan standar fosfat  $10^{-2}$  M, dengan menggunakan mikropipet. Pada masing-masing labu ditambahkan 10 mL akuadem, 5,0 mL larutan molibdat dan 2,0 mL larutan hidrazinium sulfat. Campuran larutan dihomogenkan dengan pengocokan pelan-pelan, selanjutnya gelas piala dibenamkan ke dalam air mendidih selama 10 menit, dan segera dinginkan. Larutan ini dipindahkan secara kuantitatif (dengan pembilasan gelas piala beberapa kali) dalam labu takar 50 mL, diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas. Konsentrasi akhir larutan adalah 10, 15, 20, 25 dan 30  $\mu\text{M}$  fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) Larutan ini diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 830 nm (Basset, 1994). Dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dan absorbansi serta ditentukan persamaan regresinya.

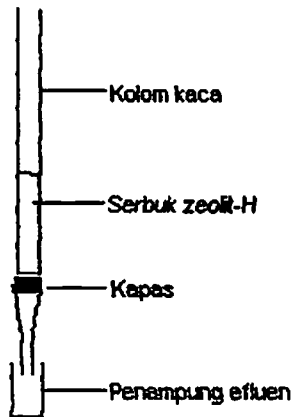
#### 4.4.3. Pengaruh Penyerapan Fosfat oleh Zeolit-H

Ke dalam kolom yang berisi 2,00 gram serbuk zeolit-H dialirkan 20,0 mL larutan fosfat dengan berbagai konsentrasi 50, 100 dan 200 ppm fosfat (yang setara dengan 0,53; 1,05 dan 2,10 mM  $\text{PO}_4^{3-}$ ), efluen ditampung dan kadar fosfat ditentukan seperti prosedur 4.4.2. Paralatan kerja dapat dilihat pada Gambar 4.1.

#### 4.4.4. Pemisahan dan Penentuan Fosfat dengan Adanya Ion Pengganggu Menggunakan Kolom Zeolit-H

Ke dalam kolom yang telah berisi 2,00 gram zeolit dialirkan 20,0 mL larutan campuran fosfat : arsen(III)= 10 : 1 (perbandingan mol), efluen ditampung dan kadar

fosfat ditentukan seperti prosedur 4.4.2. dengan pengenceran 1000x (50  $\mu$ L diencerkan sampai volume 50 mL pada labu takar). Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan fosfat:timbal(II) = 10:1 dan fosfat : tembaga(II) = 5:1.



Gambar 4.1. Peralatan pemisahan fosfat dari ion As(III), Pb(II) dan Cu(II)

## 4.5. Penyajian dan Analisis Data

Hasil analisis disajikan dalam bentuk gambar dan tabel. Kurva standar ditentukan dengan tabel dan gambar sedangkan data yang lain dalam bentuk tabel. Hasil perhitungan standar fosfat dilakukan dengan prosen recovery, dengan membandingkannya dengan standar fosfat tanpa adanya zat pengganggu dengan uji-t satu arah. Selanjutnya harga t-hitung dibandingkan dengan t-tabel menggunakan batas kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan  $DB = N_1 + N_2 - 2$ , N adalah jumlah anggota, sedangkan uji-t dan simpangan deviasi populasi (SD) dilakukan berdasarkan rumus.

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{S_1^2}{N_1} + \frac{S_2^2}{N_2}}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}}$$

**BAB V****HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN****5.1. Penentuan Kapasitas Pertukaran Kation (KPK)**

Hasil penentuan kapasitas pertukaran kation dapat dilihat pada Tabel 5.1.

Tabel 5.1. Penentuan KPK As(III), Pb(II) dan Cu(II)

No.	Ion	Konsentrasi mM		KPK mek /100 g	KPK rata-rata mek/100 g
		Awal	Efluen		
1.	As(III)	100,00	93,20	20,40	20,40
			93,20	20,40	
2.	Pb(II)	269,06	238,51	30,55	31,46
			236,70	32,36	
3.	Cu(II)	245,05	235,97	9,08	9,08
			235,98	9,09	

Catatan: 20 mL larutan dilewatkan pada 2,00 g zeolit

Berdasarkan data Tabel 5.1 dapat dilihat bahwa zeolit-H mempunyai kemampuan untuk menukar kation, yang ditandai dengan berkurangnya jumlah ion setelah dilewatkan zeolit. Zeolit mempunyai kemampuan menukar kation berbeda untuk setiap ion. Hal ini karena kation dengan muatan besar diikat lebih kuat dan lebih banyak daripada yang muatannya lebih kecil. Selain muatan, ukuran ion juga sangat berpengaruh terhadap daya tukar ion, karena ion-ion tersebut akan menempati ruangan-ruangan / pori-pori yang ada pada zeolit. Ion dengan ukuran lebih kecil dari ruangan / pori akan sedikit diserap dan sebagian akan lolos, yang ukurannya tepat sama akan cenderung ditahan sedangkan yang ukurannya lebih besar dan ruangan / pori cenderung untuk lolos. Dengan demikian zeolit

selain sebagai penukar ion dan adsorben, juga dapat berfungsi sebagai ayakan molekul (*molecular sieves*).

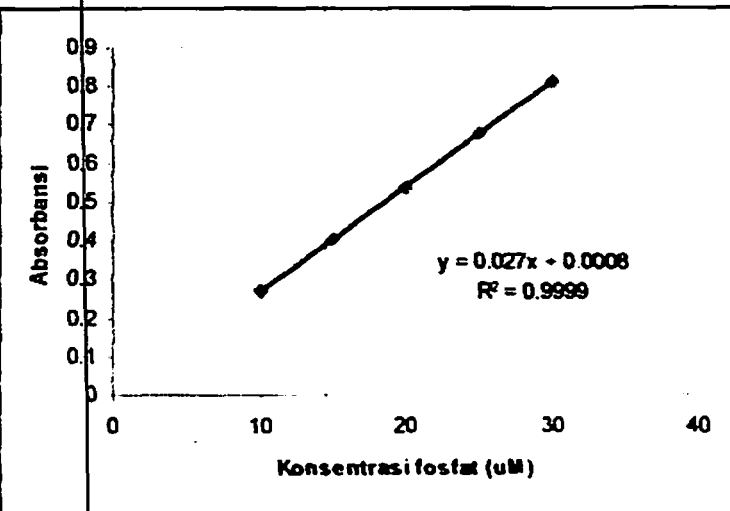
Dari ion-ion yang dipertukarkan pada percobaan ini, ukuran ion  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{As}^{3+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  berturut-turut adalah 0,57; 0,58 dan 0,98 Å (Jolly, 1991). Meskipun di sini ukuran ion  $\text{Cu(II)}$  dan  $\text{As(III)}$  hampir sama, namun di sini  $\text{As(III)}$  memiliki muatan ion yang lebih besar daripada  $\text{Cu(II)}$  sehingga  $\text{As(III)}$  lebih kuat dan lebih banyak diikat oleh zeolit. Jika dibandingkan dengan  $\text{As(III)}$  dan  $\text{Cu(II)}$ , ion  $\text{Pb(II)}$  lebih besar ukurannya. Dengan demikian  $\text{Pb(II)}$  lebih cenderung diikat / ditahan oleh zeolit.

## 5.2. Kurva Standar Fosfat

Kurva standar dibuat dengan mengukur absorbansi beberapa konsentrasi larutan fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri pada panjang gelombang 830 nm. Hasil pengukuran absorbansi dapat dilihat pada Tabel 5.2., sedangkan kurva standar dapat dilihat pada Gambar 5.1.

Tabel 5.2. Harga absorbansi larutan untuk pembuatan kurva standar

No.	Konsentrasi fosfat ( $\mu\text{M}$ )	Absorbansi
1	10	0,273
2	15	0,404
3	20	0,537
4	25	0,674
5	30	0,812



Gambar 5.1. Kurva standar fosfat dengan metode biru molibdat

Berdasarkan gambar dan persamaan yang dihasilkan dengan program *Microsoft Excel* pada Gambar 5.1. dapat dilihat bahwa harga  $R^2 = 0,9999$ , harga ini mendekati 1, berarti menunjukkan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi adalah linier. sehingga kurva standar ini dapat digunakan untuk perhitungan selanjutnya.

### 5.3. Adsorpsi Fosfat oleh Zeolit

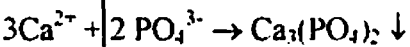
Pada penelitian ini dilakukan uji coba adsorpsi fosfat oleh zeolit pada berbagai konsentrasi fosfat, data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 5.3.

Tabel 5.3. Uji pendahuluan pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit pada beberapa konsentrasi

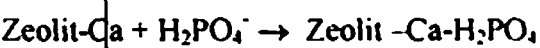
No.	Konsentrasi fosfat yang dibuat		Konsentrasi fosfat terukur (ppm)	Konsentrasi fosfat terukur setelah dilewatkan zeolit(ppm)
	ppm	mM		
1	50	0,53	46,41	43,26
2	100	1,05	99,63	93,93
3	200	2,10	202,73	197,03



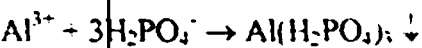
Berdasarkan data dapat dilihat bahwa terjadi pengurangan kadar fosfat antara fosfat yang terukur dan konsentrasi fosfat terukur setelah dilewatkan zeolit. Penyerapan fosfat dapat diakibatkan oleh kapasitas pertukaran anion (KPA), penyematan dan retensi fosfat. KPA dapat terlepas kembali dengan cara desorpsi. Penyematan fosfat terjadi antara fosfat dan oksida dari Al, Fe atau Ca yang mengakibatkan fosfat menjadi tidak larut dalam air.



Retensi fosfat terjadi bila dalam tanah zeolit terdapat ion  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  yang bertindak sebagai jembatan. Gejala ini disebut koadsorpsi.



Fosfat juga masuk ke dalam reaksi kimia dengan ion-ion logam bebas tersebut (Tan, 1983).



Selanjutnya untuk memastikan adanya pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit dilakukan pengukuran pada larutan fosfat pada konsentrasi tertentu yang dilakukan beberapa kali pengulangan, hasilnya dibandingkan dengan prosen recovery pembanding, dan diuji dengan uji-t.

Tabel 5.4. Hasil pengukuran konsentrasi dan prosen recovery larutan fosfat pembanding

No.	Konsentrasi fosfat yang dibuat (mM)	Konsentrasi fosfat yang terukur (mM)	% Recovery	% Recovery rata-rata
1	20	19,67	98,33	98,28
2	20	19,30	96,48	
3	20	19,63	98,15	
4	20	20,04	100,18	

Hasil prosen recovery ini selanjutnya digunakan sebagai pembanding pada setiap pengukuran.

Tabel 5.5. Pengaruh penyerapan fosfat oleh zeolit

No.	% Recovery fosfat pembanding	% Recovery fosfat 10 mM setelah lewat zeolit*	% Recovery fosfat 20 mM setelah lewat zeolit*
1	98,33	93,32	97,03
2	96,48	96,32	98,33
3	98,15	98,33	98,33
4	100,18	100,19	96,29
Purata	98,28	97,08	97,50
SD	1,5132	2,9287	1,0104
KV (%)	1,53	3,01	1,04
t-hit	-	0,7280	0,8574
t-tabel	-	2,3530	2,3530
Kesimpulan	-	Tidak ada beda	Tidak ada beda
Presisi	Baik	Tidak baik	Baik

\* 20 mL larutan fosfat dilewatkan pada 2,00 g zeolit

Berdasarkan Tabel 5.5. dapat dilihat bahwa fosfat dapat diserap oleh zeolit. namun secara statistik penyerapan tersebut tidak memberikan pengaruh., dan setelah dihitung kapasitas adsorpsinya sangat kecil yaitu 0,48 mek/100 gram zeolit. Pengaruh semakin tidak terlihat jika konsentrasi zeolit semakin besar. Namun suatu metode dapat dikatakan baik apabila memiliki harga koefisien variansi (KV) maksimal 3 % selain memiliki harga t-hitung < t-tabel jika dibandingkan dengan pembanding, sehingga pada penelitian ini selanjutnya digunakan fosfat dengan konsentrasi 20 mM, mengingat pada konsentrasi hasil rata-rata prosen recovery lebih mendekati harga yang sesungguhnya dan harga simpangan baku lebih kecil daripada konsentrasi fosfat yang lebih encer serta memiliki harga KV < 3%.

Harga KV dihitung menggunakan rumus berikut.



$$KV = \frac{SD}{X} \times 100\%$$

Dari data tersebut juga dapat disimpulkan bahwa konsentrasi minimum fosfat yang tidak berpengaruh terhadap adsorpsi oleh zeolit adalah 20 mM, dengan volume sebanyak 20.0 mL yang dilewatkan pada 2,00 g zeolit atau 20 mmol fosfat untuk tiap 100 g zeolit.

#### 5.4. Pemisahan dan Penentuan Fosfat dengan Adanya Ion Pengganggu Menggunakan Kolom Zeolit-H

Hasil pengukuran kadar fosfat dengan konsentrasi 20 mM dalam campurannya dengan As(III), Pb(II) dan Cu(II) tertentu berturut turut dapat dilihat pada Tabel 5. 6 s.d 5.8.

Tabel 5. 6. Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu arsen(III)

No.	% Recovery fosfat perbandingan	% Recovery fosfat:arsen(III)=10:1	% Recovery fosfat arsen (III)=10:1 yang dilewatkan zeolit
1	98,33	98,52	98,89
2	96,48	98,70	98,52
3	98,15	100,56	98,33
4	100,18	100,93	98,33
Purata	98,28	99,68	98,52
SD	1,5132	1,2440	0,2640
KV (%)	1,54	1,25	0,27
t-hit	-	1,4593	0,3124
t-tabel	-	2,3530	2,3530
Kesimpulan	-	Tidak ada beda	Tidak ada beda
Presisi	Baik	Baik	Baik

Keterangan: Konsentrasi fosfat 20 mM sebanyak 20 ml., berat zeolit 2 g

Berdasarkan Tabel 5.6. dengan perbandingan fosfat.arsen(III) (10 : 1) dapat dilihat bahwa As(III) sebagai  $AsCl_3$  dapat meningkatkan prosen perolehan kembali fosfat, namun pada

perbandingan tersebut secara statistik belum memberikan pengaruh. Perlu diketahui bahwa larutan arsen memiliki beberapa spesies antara lain As(III) sebagai  $As^{3+}$  dan  $AsO_3^{3-}$ , As(V) sebagai  $AsO_4^{3-}$ . Spesies yang dapat bereaksi dengan molibdat adalah  $AsO_4^{3-}$  membentuk  $(NH_4)_2AsMo_12O_{40}$ . Apabila senyawa tersebut direduksi membentuk arseno molibdat biru (Svehla, 1985) yang memberikan serapan pada panjang gelombang 840 nm, dan dapat ditentukan kadarnya secara kuantitatif (Basset, 1994). Jadi As(III) sebagai  $As^{3+}$  tidak memberikan pengaruh secara langsung pada penentuan fosfat, kecuali jika di dalamnya ditambahkan oksidator atau bila reaksi dibiarkan di udara terbuka terlalu lama.

Selanjutnya setelah campuran larutan tersebut dilewatkan zeolit maka terjadi penurunan % recovery dan lebih mendekati pada harga yang sebenarnya (% recovery perbandingan). Hal ini menunjukkan bahwa  $As^{3+}$  telah terikat oleh zeolit sehingga fosfat dapat ditentukan tanpa gangguan As(III).

Tabel 5. 7. Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu timbal(II)

No.	% Recovery perbandingan	% Recovery fosfat:timbal(II)=10:1	% Recovery fosfat:timbal(II)=10:1 yang dilewatkan zeolit
1	98,33	92,58	98,33
2	96,48	93,32	98,52
3	98,15	93,69	98,89
4	100,18	92,95	98,33
Rerata	98,28	93,14	98,52
SD	1,5132	0,4776	0,2640
CV (%)	1,54	0,51	0,27
-hit	-	6,4850	0,4069
-tabel	-	2,3530	2,3530
kesimpulan	-	Ada beda	Tidak ada beda
Metode	Baik	Tidak baik	Baik

Keterangan: Konsentrasi fosfat 20 mM sebanyak 20 mL, berat zeolit 2 g

Berdasarkan data pada Tabel 5.7. dengan perbandingan fosfat:timbal=10:1 telah berpengaruh terhadap penentuan fosfat, yang ditunjukkan dengan menurunnya % recovery fosfat. Jika campuran larutan tersebut dilewatkan pada zeolit, maka Pb(II) dapat diadsorpsi melalui reaksi pertukaran ion, sehingga hasil yang diperoleh tidak berbeda dengan harga % recovery perbandingan.

Tabel 5.8. Penentuan fosfat dengan adanya pengganggu tembaga(II)

No.	% Recovery perbandingan	% Recovery fosfat:tembaga(II)=5:1	% Recovery fosfat:tembaga(II)=5:1 yang dilewatkan zeolit
1	98,33	96,67	96,67
2	96,48	96,67	97,40
3	98,15	96,29	97,77
4	100,18	96,11	97,77
Purata	98,28	96,43	97,40
SD	1,5132	0,2811	0,5185
KV (%)	1,54	0,29	0,53
t-hit	-	2,4551	1,3915
t-tabel	-	2,3530	2,3530
Kesimpulan	-	Ada beda	Tidak ada beda
Presisi	Baik	Tidak baik	Baik

Keterangan: Konsentrasi fosfat 20 mM sebanyak 20 ml., berat zeolit 2 g

Dari data pada Tabel 5.8. dengan perbandingan fosfat:tembaga=5:1 telah berpengaruh terhadap penentuan fosfat, yang ditunjukkan dengan menurunnya % recovery fosfat. Jika campuran larutan tersebut dilewatkan pada zeolit, maka Cu(II) dapat diadsorpsi melalui reaksi pertukaran ion, sehingga hasil yang diperoleh tidak berbeda dengan % recovery perbandingan.

**BAB VI****KESIMPULAN DAN SARAN****6.1. Kesimpulan**

berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut.

1. Kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H -50mesh berturut-turut adalah 20,40; 31,46 dan 9,08 meq/100 gram.
2. Zeolit-H dapat menyerap ion fosfat dengan kapasitas yang sangat kecil yaitu 0,48 meq/100 gram. Penyerapan tidak berarti jika kadar fosfat semakin besar.
3. Zeolit-H dapat digunakan untuk menyerap kation pengganggu As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada analisis fosfat dengan metode biru molibdat secara spektrofotometri pada konsentrasi fosfat minimal 20 mmol untuk 100 gram zeolit

**6.2. Saran**

Mengingat harga kapasitas pertukaran kation As(III), Pb(II) dan Cu(II) pada zeolit-H tidak terlalu besar, maka untuk menerapkan metode ini hanya dapat dilakukan terhadap larutan fosfat dengan adanya ion-ion pengganggu tersebut di atas dengan konsentrasi yang tidak terlalu besar

## DAFTAR PUSTAKA

- Barrer, R.M., 1978, **Zeolite and Clay Minerals as Sorbents and Molecular Sieves**, Academic Press, London.
- Basset, J., R.C. Denney, G.H. Jeffery, J. Mendham (Terjemahan oleh: Hadyana P dan L. Setiono), 1994, **Vogel Buku Ajar Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik**, Penerbit Buku Kedokteran ECG, Jakarta.
- Dyer, 1994, **Zeolites, Encyclopedia of Inorganic Chemistry**, John Wiley and Sons, Chichester.
- Jolly, W.L. 1966, **The Chemistry of the Non Metal**, Prentice Hall Inc., New York.
- Jolly, W.L., 1991, **Modern Inorganic Chemistry**, 2<sup>nd</sup> ed. McGraw-Hill, International edition, Singapore.
- Kirk and Orthmeir, 1981, **Encyclopedia of Chemical Technology**, 3<sup>rd</sup> ed., Vol. 15, John Wiley and Sons Inc., New York.
- Miller, J.C. and J.N. Miller, (terjemahan Suroso), 1991, **Statistika untuk Kimia Analitik**, edisi ke-2, Penerbit ITB, Bandung.
- Subagyo, 1993, Zeolit, **Warta Insinyur Kimia**, Vol.7, No. 3.
- Svehla, G., (terjemahan L. Setiono dan Hadyana P.) 1985, **Vogel Buku Teks Analisis anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro**, Penerbit Kalman Media Pusaka, Jakarta.
- Tan, K.H., 1982, **Dasar - Dasar Kimia Tanah**, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Tsitsishvili, G.V., Andronikashvili, T.G. (translator Potashnikov), 1992, **Natural Zeolite**, Ellis Horwood Ltd., London.
- Vansant, E.F., 1990, **Pore Size Engineering in Zeolites**, John Willey and Sons, Chichester.
- Zakiyah, A., 1999, **Amobilisasi Enzim Amilase dengan Pendukung Zeolit**, Skripsi, Kimia FMIPA Universitas Airlangga, Surabaya

E-1 MAY 2003  
PAMERAN

