

DEPARTEMEN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN TINGGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA

PEMURNIAN GARAM RAKYAT
DENGAN
KRISTALISASI BERTINGKAT

SELESAI

01 JUN 1997

PAMERAN

Ketua Peneliti :

Siti Wafiroh, S.Si.

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai Oleh : DIP OPF Unair 1995/1996

SK.Rektor Nomor : 6907/PT03.H/N/1995

Nomor : 36

kec 5
100
541
Pen

DEPARTEMEN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN TINGGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA

PEMURNIAN GARAM RAKYAT DENGAN KRISTALISASI BERTINGKAT

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

300039196 3141-4

Ketua Peneliti :

Siti Wafiroh, S.Si.

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



30003919631414



LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai Oleh : DIP OPF Unair 1995/1996

SK.Rektor Nomor : 6907/PT03.H/N/1995

Nomor : 36

SELESAI

3000 39196 3141

PEMURNIAN GARAM RAKYAT DENGAN KRISTALISASI BERTINGKAT

Peneliti :

Siti Wafiroh, S.Si.
Drs. Faidur Rochman, MS.
Drs. Handoko D.K., MSc.
Ir. Inge Lunardhi
Drs. Ali Rohman

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM



LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai : DIP OPF Universitas Airlangga
SK. Rektor nomor : 6907/PT03. H/N/1995
Tanggal : 24 Agustus 1995



DEPARTEMEN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
LEMBAGA PENELITIAN

- | | | |
|------------------------------------|---------------------------------|--|
| 1. Puslit dan Pembangunan Regional | 4. Puslit Lingkungan Hidup | 8. Puslit Kependudukan dan Pembangunan |
| 2. Puslit Obat Tradisional | 5. Puslit dan Pengembangan Gizi | 9. Puslit Bioenergi |
| 3. Puslit Pengembangan Hukum | 6. Puslit/Studi Wanita | 10. Puslit/Studi Kesehatan Reproduksi |
| | 7. Puslit Olahraga | |

Jl. Darmawangsa Dalam No. 2 Telp. (031) 42322 Fax. (031) 42322 Surabaya 60286

IDENTITAS DAN PENGESAHAN
 LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN

1. a. Judul Penelitian : Pemurnian Garam Rakyat Dengan Kristalisasi Bertingkat
- b. Macam Penelitian : (V) Fundamental, () Terapan, () Pengembangan
2. Kepala Proyek Penelitian
- a. Nama Lengkap Dengan Gelar : Siti Wafiroh, S.Si.
- b. Jenis Kelamin : W a n i t a
- c. Pangkat/Golongan dan NIP : Penata Muda/IIIa/132 125 718
- d. Jabatan Sekarang : Staf Pengajar
- e. Fakultas/Jurusan/Puslit : FMIPA/Kimia
- f. Univ./Inst./Akademi : Universitas Airlangga
- g. Bidang Ilmu Yang Diteliti : Kimia Fisik
3. Jumlah Tim Peneliti : 5 (lima) orang
4. Lokasi Penelitian : FMIPA Universitas Airlangga
5. Kerjasama dengan Instansi Lain
- a. Nama Instansi : -
- b. A l a m a t : -
6. Jangka Waktu Penelitian : 5 (lima) Bulan
7. Biaya Yang Diperlukan : Rp 3.000,000,00
8. Hasil Seminar Penelitian :
- a. Dilaksanakan Tanggal : 12 Maret 1996
- b. Hasil Penilaian : ~~() Baik Sekali~~ (V) B a i k
 () S e d a n g () K u r a n g

Surabaya, 14 Maret 1996



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

Prof. Dr. Noor Cholies Zaini
 NIP. 130 355 372

KATA PENGANTAR

Bismillaahirrohmaanirrohiim, Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmad dan petunjuk-Nya, penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik.

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada :

1. Lembaga Penelitian Universitas Airlangga, yang telah menyediakan dana penelitian lewat anggaran DIP/OPF 1995/1996.
2. Dekan FMIPA Universitas Airlangga, yang telah memberi kesempatan untuk melakukan penelitian lewat dana OPF 1995/1996.
3. Kepala DPU Sidoarjo dan kepala laboratorium kesehatan yang telah membantu analisa AAS.
4. Semua pihak yang ikut melancarkan penelitian ini.

Semoga hasil penelitian ini bermanfaat.

Surabaya, 10 Pebruari 1996

Peneliti

RINGKASAN PENELITIAN

Judul Penelitian	: Pemurnian garam rakyat dengan kristalisasi bertingkat.
Ketua Peneliti	: Siti Wafiroh
Anggota Peneliti	: Faidur Rochman Handoko D.K. Inge Lunardhi Ali Rohman
Fakultas	: MIPA
Sumber biaya	: Dibiayai oleh DIP/ OPF Universitas Airlangga SK Rektor nomor : 6907/ PT 03.H/N/1995 Tanggal : 24 Agustus 1995

Kebutuhan akan garam NaCl yang berkualitas tinggi dirasakan terus meningkat terutama untuk industri kimia disamping juga sebagai kebutuhan konsumsi, sedangkan garam yang ada di pasaran kualitasnya rendah, warnanya putih kusam. Ini tentu mengandung garam selain NaCl. Untuk itu diperlukan suatu metode untuk meningkatkan kemurnian garam secara murah dan sederhana.

Penelitian ini sebagai alternatif pemurnian garam rakyat dengan menggunakan metode kristalisasi bertingkat dengan variabel waktu pemanasan interval 1 - 3 jam dan suhu pemanasan interval 50° C - 100° C.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah waktu pemanasan pada interval 1 - 3 jam dan temperatur pemanasan interval 50° C - 100° C berpengaruh terhadap produk dan kemurnian garam NaCl serta berapa kadar impuritis Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺ garam NaCl hasil kristalisasi bertingkat. Diharapkan penelitian ini dapat meningkatkan kualitas (kemurnian) garam rakyat, sehingga penggunaannya lebih bermanfaat (terutama untuk industri) dan meningkatkan nilai ekonomis garam rakyat tersebut. Hal ini berarti dapat meningkatkan pendapatan para petani garam.

Percobaan dilakukan dengan memanaskan 50 ml filtrat jenuh garam rakyat dalam 100 ml beker glass yang kemudian dipanaskan dengan penangas air selama interval waktu pemanasan 1 - 3 jam pada suhu pemanasan interval 50° C-100° C. Produk kristal garam yang diperoleh disaring dan dipanaskan dalam oven pada suhu 100° C selama 3 jam. Ini merupakan produk kristalisasi tingkat I. Untuk kristalisasi II dilakukan dengan memanaskan 50 ml filtrat jenuh produk kristalisasi I dengan waktu pemanasan 1 jam pada suhu 50° C. Kemurnian produk NaCl serta impuritis Ca²⁺, Mg²⁺ dan Fe³⁺ dianalisa dengan AAS. Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Fisik Unair dan di Laboratorium Kesehatan Surabaya.

Data percobaan menunjukkan pengaruh waktu pemanasan interval 1 - 3 jam dan suhu pemanasan interval 50° C - 100° C memberikan hubungan yang linier terhadap produk garam dan kemurnian garam NaCl. Kadar NaCl yang diperoleh dari kristalisasi II adalah 96,39% lebih tinggi 7,191% dibanding kadar kemurnian NaCl dari garam rakyat, sedangkan kadar impuritisnya Mg²⁺ = 0,241%, Ca²⁺ = 0,6651 dan Fe³⁺ = 0,110 lebih rendah dibanding kadar impuritis garam rakyat yakni untuk Mg²⁺ = 1,673%, Ca²⁺

1,165% dan $\text{Fe}^{3+} = 0,653\%$. Ini membuktikan bahwa kristalisasi bertingkat dapat meningkatkan kualitas atau kemurnian garam rakyat.

Penelitian perlu dikembangkan lebih lanjut mengenai pengaruh impuritis terhadap kecepatan pembentukan kristal dan pengaruh konsentrasi garam yang diuapkan terhadap produk dan kemurnian garam NaCl. .

DAFTAR ISI

BAB	Halaman
Kata pengantar	ii
Ringkasan penelitian	iii
Daftar isi	iv
Daftar tabel	vii
Daftar gambar	ix
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang Penelitian	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4. Manfaat Penelitian	3
1.5. Hipotesis	4
 BABA II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Garam	5
2.2. Penggunaan Garam	7
2.3. Pemurnian Garam	10
2.4. Teori Pembentukan Kristal	12
2.5. Derajat Lewat Jenuh (super saturation)	13
2.6. Kelarutan dan Hasil Kali Kelarutan	15
2.7. Keseimbangan ion dan hukum aksi massa	16
2.8. Produk kristal	18

2.9. Tinjauan kristal NaCl	20
----------------------------------	----

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Bahan dan Alat	21
3.2. Variabel - variabel Penelitian	21
3.3. Prosedur Kerja.....	22
3.4. Uji Statistik	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Penelitian	23
4.1.1. Produk garam hasil kristalisasi tingkat I untuk berbagai temperatur dan waktu pemanasan	23
4.1.2. Recovery produk rata-rata garam (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada suhu 50° C - 100° C.....	24
4.1.3. Kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I untuk berbagai suhu dan waktu pemanasan	24
4.1.4. Kadar impuritis produk garam hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 jam pada berbagai suhu pemanasan	25
4.1.5. Perbandingan kemurnian garam NaCl dan kadar impuritisnya hasil kristalisasi I, kristalisasi II untuk pemanasan 1 jam pada suhu 50° C dengan garam rakyat	25
4.2. Analisa Data	26

4.2.1. Analisa uji pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap produk kristal garam hasil kristalisasi I	26
4.2.2. Penentuan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap produk	26
4.2.3. Analisa uji pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I	27
4.2.4. Penentuan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	30
4.3. Pembahasan	32
4.3.1. Prosedur percobaan	
4.3.2. Pengaruh waktu pemanasan terhadap produk garam	32
4.3.3. Pengaruh suhu pemanasan terhadap produk	34
4.3.4. Pengaruh waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	36
4.3.5. Pengaruh suhu pemanasan terhadap kemurnian produk NaCl	37
4.3.6. Pengaruh suhu pemanasan terhadap kadar impuritis	38
4.3.7. Kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi II	39

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan	40
5.2. Saran	40
Daftar pustaka	41
Lampiran-lampiran	
L - 1. Daftar tabel distribusi F	42
L - 2. Daftar tabel distribusi t	44

DAFTAR TABEL

No. Tabel	Judul	Halaman
1.	Unsur-unsur yang terdapat pada air laut	5
2.	Syarat mutu garam untuk soda elektrolitis	8
3.	Syarat mutu garam konsumen menurut Standar Industri Indonesia (SII) Nomor 140/1976	9
4.	Produk garam (gram) untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada suhu 50° C - 100° C.....	19
5.	Produk garam rata-rata(gram) untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada temperatur 50° C - 100° C	19
6.	Recovery produk rata-rata garam (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada temperatur 50° C - 100° C	20
7.	Kemurnian garam NaCl (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada temperatur 50° C - 100° C	20
8.	Kadar impuritis produk garam (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 jam pada temperatur 50° C - 100° C	21
9.	Perbandingan kemurnian garam NaCl dan kadarimpuritisnya hasil kristalisasi I, kristalisasi II, untuk waktu pemanasan 1 jam pada suhu 50° C dan garam rakyat.....	21
10.	Tabel Anava untuk pengaruh suhu dan waktu pemanasan terhadap produk.	22

11.	Koefisien persamaan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap produk	24
12.	Analisa varian untuk regresi persamaan pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap produk	24
13.	Tabel anava untuk pengaruh suhu dan waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	25
14.	Koefisien persamaan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	27
15.	Analisa varian untuk regresi persamaan pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	27

DAFTAR GAMBAR

No. gambar	Judul	Halaman
1.	Diagram temperatur - konsentrasi	14
2.	Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap terhadap produk garam hasil kristalisasi I	29
3.	Grafik persamaan regresi dari pengaruh waktu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I	30
4.	Grafik pengaruh temperatur pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I	31
5.	Grafik persamaan regresi dari pengaruh suhu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I	32
6.	Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl ...	32
7.	Grafik pengaruh suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl	33
8.	Grafik pengaruh berbagai suhu pemanasan dan waktu pemanasan 1 jam terhadap kadar impuritis produk garam	34



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Penelitian

Garam NaCl merupakan kebutuhan bahan pangan tambahan dan termasuk salah satu dari sembilan bahan pokok pangan yang sangat penting untuk kelangsungan hidup manusia. Kebutuhan akan garam dirasakan terus meningkat penggunaannya disamping sebagai garam konsumsi juga sebagai garam industri.

Garam rakyat (NaCl) dibuat dari bahan baku air laut yang diuapkan pada petak-petak ladang dengan perantara sinar matahari. Laut dipilih sebagai bahan baku proses pembuatan garam karena air laut mudah diperoleh, lokasinya cukup luas dan proses pembuatannya yang sangat sederhana.

Banyak garam yang ada di pasaran kemurniannya rendah, warnanya putih kusam. Ini tentu mengandung berbagai garam selain NaCl. Selain itu dengan meningkatnya angka pencemaran lingkungan, terutama oleh logam, maka sangat dimungkinkan garam yang beredar di pasaran mengandung logam berat juga.

Rata-rata kualitas garam rakyat di Jawa Timur adalah sebagai berikut:

NaCl	86.0 % db.
H ₂ O	10.0 % db
K,Mg	1.5 % db
SO ₄	1.4 % db

Sumber : Balai Industri Surabaya

1.2. Rumusan Masalah

- (1) Apakah terdapat pengaruh waktu pemanasan pada interval 1 sampai dengan 3 jam dan suhu pemanasan pada interval 50°C - 100°C terhadap produk kristal garam
- (2) Apakah terdapat pengaruh waktu pemanasan pada interval 1 sampai dengan 3 jam dan suhu pemanasan pada interval 50°C - 100°C terhadap kemurnian garam NaCl
- (3) Berapa kadar impuritis Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} garam NaCl hasil kristalisasi bertingkat.

1.3. Tujuan Penelitian

Mengetahui pengaruh waktu pemanasan pada interval 1 - 3 jam dan temperatur pemanasan pada interval 50°C - 100°C terhadap produk dan kemurnian garam NaCl serta kadar impuritis Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} garam NaCl hasil kristalisasi bertingkat.

1.4. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian, dapat digunakan sebagai pengetahuan baru tentang metode pemurnian garam rakyat (NaCl) secara sederhana dan murah serta memperoleh kualitas garam yang tinggi sehingga penggunaannya lebih bermanfaat dan mempunyai nilai ekonomi tinggi. Hal ini berarti dapat meningkatkan pendapatan petani garam.

1.5. Hipotesis

H_{o_1} : Tidak ada pengaruh waktu pemanasan pada interval 1 - 3 jam dan suhu pemanasan pada interval 50°C - 100°C terhadap produk kristal garam NaCl .

H_{o_2} : Tidak ada pengaruh suhu pemanasan pada interval 1 - 3 jam dan suhu pemanasan pada interval 50°C - 100°C terhadap kemurnian garam NaCl, sehingga tidak didapatkan suhu optimum yang menghasilkan kemurnian garam NaCl maximum.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Garam

Di dalam air selain terlarut gas juga terlarut berbagai macam garam yang macam dan kadarnya tergantung tempat dan daerah di mana air itu berada. Air laut mengandung berbagai macam garam yang terlarut. Telah diketahui lebih dari 40 macam unsur terdapat di dalam air laut. Di bawah ini ditunjukkan tabel beberapa unsur yang biasa terdapat pada air laut.

Tabel 1 : Unsur-unsur yang terdapat pada air laut.

Unsur	Tanda Atom	Dalam bentuk	Jml mol unsur / kg air laut
Hidrogen	H	H ₂ O	53.7
Oksigen	O	O ₂	
Klor	Cl	Cl ⁻	0.535
Natrium	Na	Na ⁺	0.460
Magnesium	Mg	Mg ²⁺	0.052
Belerang	S	SO ₄ ²⁻	0.028
Kalsium	Ca	Ca ²⁺	0.010
Kalium	K	K ⁺	0.010
Brom	Br	Br ⁻	0.008

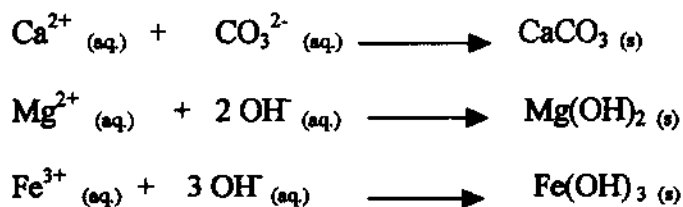
Garam rakyat dibuat dari bahan baku air laut yang diuapkan pada peta-petak ladang dengan bantuan sinar matahari. Secara singkat proses pembuatan garam rakyat sebagai berikut :

Air laut pada waktu pasang dimasukkan ke waduk tempat penyimpanan , dari waduk air dipindahkan ke permukaan untuk penguapan (membuat air tua). Setelah diperoleh air tua, air dipindahkan ke petak-petak ladang untuk dikristalkan. Kristal garam yang dihasilkan dari petak-petak ladang berupa garam kasar, bentuk kristalnya besar-besar dan masih banyak kotorannya baik berupa serabut , kerikil maupun zat-zat kimia yang ikut mengendap di dalamnya. (Djutikah, 1990).

Ada dua macam metoda yang biasa digunakan oleh para petani garam dalam pembuatan garam rakyat ini, yaitu : cara irigasi berantai dan irigasi tunggal. Pada irigasi berantai, terjadi proses kristalisasi secara fraksional dan biasanya berlangsung antara 10 sampai 15 hari, tergantung kondisi cuaca. Air laut yang mengandung 3° Be (satuan konsentrasi garam = 3% garam NaCl yang terkandung di dalamnya), diuapkan sampai konsentrasi 16° Be. Pada tahap ini terjadi proses pengendapan Fe_2O_3 dan $CaSO_4$. Tahap selanjutnya yaitu kristalisasi garam NaCl. Kemudian tahap yang terakhir yaitu konsentrasi air laut 29° Be, terjadi pengendapan $MgCl_2$, $MgSO_4$, NaBr, KCl, dan $CaCl_2$. Garam NaCl yang dihasilkan dari cara irigasi berantai ini mempunyai tingkat kemurnian yang relatif cukup tinggi. (Sutoyo, 1990)

Garam yang diperoleh dari metode ini dapat dimurnikan, yaitu dengan memperhatikan faktor-faktor kelarutan zat pada berbagai suhu, harga hasil kali kelarutan zat, dan adanya efek ion sejenis serta ion asing. Dalam skala laboratorium,

pemurnian garam NaCl dapat dilakukan dengan cara mengalirkan gas hidrogen klorida ke dalam larutan jenuh garam NaCl. Sedangkan pemurnian garam NaCl dalam skala besar cara yang biasanya digunakan adalah dengan melihat perbedaan solubilitas garam NaCl, dan garam-garam pengotornya pada berbagai suhu, atau bisa juga dilakukan dengan cara reaksi kimia yaitu memberikan zat atau bahan kimia yang dapat membentuk endapan dengan bahan pengotor, misalnya Na_2CO_3 , NaOH , dan NaHCO_3 . Reaksi yang terjadi adalah (Brady, 1982) :



2.2. Penggunaan Garam

Di dalam penggunaannya garam dibedakan atas garam industri dan garam konsumsi. Pembuatan garam secara industri adalah suatu cara yang lebih murni dan cara ini digunakan di negara-negara yang telah maju seperti Amerika dan Eropa. Untuk Indonesia penanganan keperluan garam industri dikelola oleh Perusahaan Umum Garam, mengingat tingginya kualitas kadar NaCl yang dibutuhkan yaitu sekitar + 98,5 % d.b. Hasil yang diperoleh dari cara ini terutama digunakan untuk pemakaian di dalam industri kimia. Pada industri kimia garam digunakan sebagai bahan dasar utama untuk pembuatan kaustik soda, HCl, NaSO_4 , Natrium klorat disamping itu juga dipakai untuk bahan pengisi cairan elektrolit. (Sutoyo, 1990). Di

bawah ini ditunjukkan tabel syarat mutu garam menurut Standar Industri Indonesia untuk industri soda elektrolitris.

Tabel 2 : Syarat mutu garam untuk soda elektrolitris

No	Jenis Uji	Syarat
1	NaCl	Minimal 98.50 % db
2	H ₂ O	Maksimal 4.00 % db
3	Ca	Maksimal 0.10 % db
4	Mg	Maksimal 0.06 % db
5	SO ₄	Maksimal 0.20 % db

Sumber : Balai Industri Surabaya

Untuk garam keperluan konsumsi rumah tangga harus memenuhi syarat Mutu Standar Industri Indonesia (SII). (Djutikah, 1990)

Syarat mutu garam konsumsi yang disalin dari Buletin Standar Industri Indonesia Nomor 140 / SII / 1976 Departemen Perindustrian. Ketentuan yang dimaksud dalam standar ini adalah NaCl yang khusus diolah dari garam kasar menjadi garam untuk konsumsi yang halus dan putih bersih .

Tabel 3. Syarat mutu garam konsumsi menurut Standar Industri Indonesia (SII) nomor 140/1976

No	Jenis Uji	Syarat Mutu	
		Mutu I	Mutu II
1	NaCl	Minimal 97% db	94.4% db
2	H ₂ O	Maksimal 5.0%	10.0% db
3	KIO ₃	90 ppm	Negatif
4	Ca dan Mg	Maksimal 1.0% db	2.0% db
5	Oksidasi besi (Fe ₂ O ₃)	100 ppm	100 ppm
6	Sulfat (SO ₄)	Maksimal 2.0% db	2.0% db
7	Bagian tak larut air	Maksimal 0.5% db	1.0% db
8	Logam berbahaya (Pb, Hg, Cu, As)	Negatif	Negatif
9	Warna	Putih bersih	Putih bersih
10	Rasa	Asin	Asin
11	Bau	Tidak berbau	Tidak berbau

Catatan :

- Mutu I : garam konsumsi beryodium
- Mutu II : garam konsumsi tidak beryodium.

Untuk keperluan konsumsi diambil garam yang diproduksi oleh Perusahaan Umum Garam, tetapi ada juga garam konsumsi yang diproduksi oleh petani garam hanya dalam pelaksanaannya perlu adanya peningkatan kualitas lebih dahulu.

2.3. Pemurnian Garam

Pemurnian garam adalah salah satu upaya untuk menghilangkan impuritis (pengotor) yang menempel pada kristal garam sehingga sesudah proses pencucian warna garam akan menjadi lebih putih bersih serta dapat meningkatkan kualitas garam tersebut. Unsur-unsur/komponen-komponen yang menentukan kualitas garam antara lain (Wardoyo, 1988) :

a. NaCl

Garam industri yang berasal dari penguapan air laut mempunyai kadar 97 % lebih, akan tetapi dalam praktek umumnya lebih rendah. Hal ini disebabkan :

- Kualitas air laut.
- Cara pembuatan .
- Cara-cara lain yang mempengaruhi kristalisasi garam .

Garam yang mengandung NaCl tinggi, umumnya putih bersih, tetapi kadang-kadang ditemukan garam yang berwarna putih bersih ternyata mengandung kadar gips (CaSO_4) yang tinggi sedang kadar NaCl nya sendiri relatif rendah.

b. Ca

Sebagai kotoran, unsur Ca yang ada dalam bentuk gips $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, sedang senyawa yang lainnya adalah senyawa CaCO_3 . Kristal gips sangat halus, mengendap sangat lambat sehingga pada masa pertumbuhan kristal NaCl, kristal

gips ikut mengendap. Hal ini menjadi salah satu sebab garam yang diperoleh dari penguapan air laut dengan tenaga matahari kemurniannya lebih rendah dibandingkan garam yang dihasilkan dari penguapan buatan.

c. Mg

Magnesium sebagai kotoran-kotoran terdapat dalam larutan induk, sehingga melekat di bagian luar kristal NaCl. Garam $MgCl_2$, $MgSO_4$ tidak dikehendaki dalam garam, karena selain sifatnya higroskopik juga rasanya pahit.

d. SO_4

Terutama sebagai $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ dan sedikit $MgSO_4$. Untuk mendapatkan kadar sulfat yang rendah diperlukan pemurnian garam. Usaha-usaha pemurnian dapat dilakukan sebelum pembentukan kristal dan sesudah terjadinya kristal.

Pemurnian sebelum pembentukan kristal dapat dilakukan dengan jalan menyingkirkan bahan-bahan pengotor misalnya dengan penyaringan. Sedangkan pemurnian sesudah pembentukan kristal dapat dilakukan dengan cara digestion, pencucian kristal dan rekristalisasi. (Harjadi, 1986).

Digestion ialah membiarkan endapan terendam dalam larutan induknya untuk waktu yang lama. Selama itu proses pengendapan dan penggumpalan mencapai kesetimbangan dan dihasilkan kristal-kristal lebih kasar dan lebih murni. Cara digestion menambah pemurnian dan kasarnya kristal. Hal ini disebabkan kristal-kristal kecil lebur jadi satu menjadi lebih besar, bersamaan dengan itu kotoran yang terbawa dilepas kembali ke larutan induk. (Vogel, 1979).

Pencucian kristal bertujuan menyingkirkan kotoran yang teradsorpsi pada permukaan kristal maupun yang terbawa secara mekanis. Pencucian kristal dapat

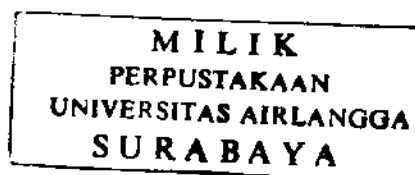
dilakukan dengan menyaring sampai larutan habis, lalu memasukkan semua kristal ke dalam penyaring, kemudian dituangkan cairan pencuci pada kristal dan dibiarkan mengalir habis lalu diberikan lagi cairan pencuci, begitu seterusnya diulang beberapa kali sampai dianggap kristal sudah bersih.(Harjadi, 1986 dan Brady, 1982).

Rekristalisasi yaitu mengkristalkan kembali endapan yang terbentuk setelah dilarutkan dalam pelarut murni. Dengan demikian kotoran yang terbawa oleh kristal diencerkan. Cara ini baik untuk mengurangi kotoran yang teradsorpsi.(Vogel, 1979).

2.4. Teori Pembentukan Kristal

Pembentukan kristal merupakan suatu proses dinamis yang mengarah kepada suatu kesetimbangan, sedangkan susunan dan sifat-sifat sistemnya bergantung pada waktu. Pengaturan kecepatan proses tersebut memungkinkan pengaturan sifat-sifat endapan.(Underwood, 1986).

Kristal hanya terbentuk bila larutan yang bersangkutan lewat jenuh. Keadaan lewat jenuh itu tidak stabil (metastabil) dan menjadi stabil bila kelebihan zat yang larut diendapkan sampai konsentrasinya seperti larutan jenuh. Proses pengkristalan dimulai dengan pembentukan inti. Dalam hal ini inti kristal akan menarik molekul-molekul lain sehingga tumbuh menjadi butiran yang lebih besar sampai kepada ukuran koloid (diameter 0,001-0.1 μ), atau lebih besar lagi menjadi sampai butiran-butiran kristal halus (diameter 0.1-10 μ), mungkin lebih lanjut menjadi sampai butiran kristal-



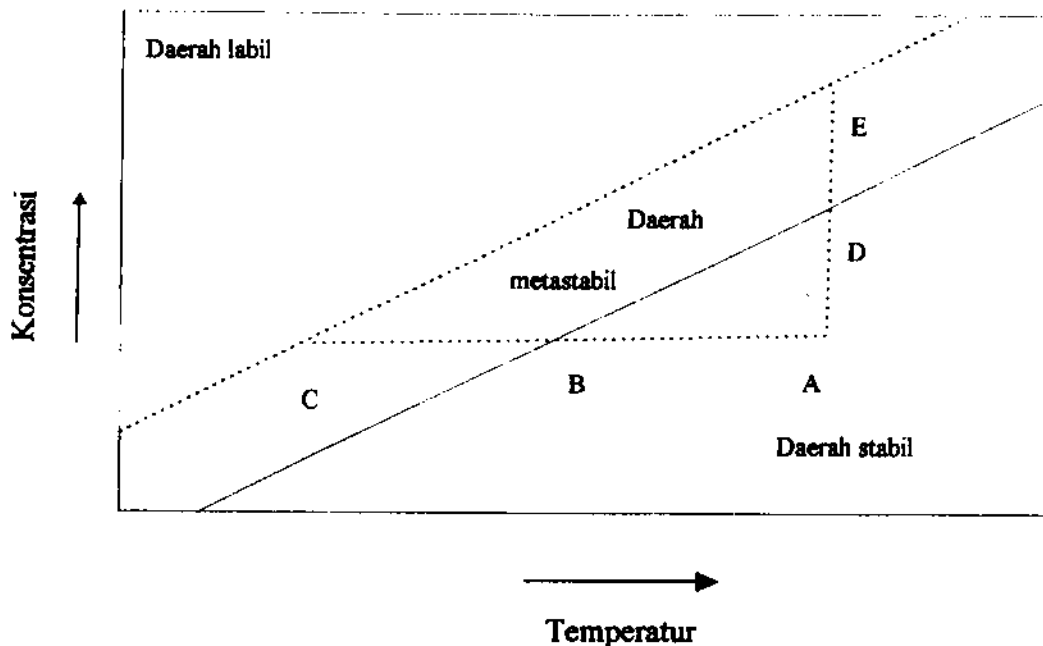
kristal kasar $> 10 \mu$. Kondisi ini menurut Von Weilmarn tergantung pada derajat kelewatjenuhan relatif (α) yang dirumuskan sebagai berikut (Harjadi, 1986) :

$$\alpha = \frac{S - s}{S}$$

S adalah konsentrasi larutan lewat jenuh yang akan membentuk endapan dan s adalah konsentrasi larutan tepat jenuh. Terlihat bahwa makin besar S makin besar pula α , makin besar α makin besar pula kemungkinan bahwa terjadi kristal-kristal halus atau koloid; sedangkan makin kecil α atau makin kurang lewat jenuh, makin besar kemungkinan kristal tumbuh menjadi butir-butir kasar. Hal ini berhubungan erat dengan pengaruh α atas kecepatan pertumbuhan kristal.

2.5. Derajat Lewat Jenuh (Super Saturation)

Larutan lewat jenuh adalah larutan yang mengandung zat terlarut lebih besar daripada yang dibutuhkan pada sistem kesetimbangan larutan jenuh. Menurut Oswald (1897) dan Miers (1906), secara sederhana kondisi larutan lewat jenuh dapat dibagi menjadi dua tipe, yaitu : kondisi metastabil dan kondisi labil. Kedua kondisi ini dapat dijelaskan melalui diagram temperatur - konsentrasi.



Gambar 1. Diagram temperatur - konsentrasi

Garis tebal adalah kelarutan normal untuk solut dalam solvent. Garis putus-putus adalah kurva lewat jenuh, posisinya dalam diagram tergantung pada zat-zat pengotor. (Alexeyev, 1980).

Diagram tersebut dapat dibagi ke dalam tiga bagian :

1. Daerah stabil yang mana pada daerah ini tidak dimungkinkan terjadi kristalisasi.
2. Daerah metastabil, yang mana daerah ini dimungkinkan terjadi kristalisasi, namun tidak secara spontan.
3. Daerah labil, yang mana pada daerah ini pembentukan inti kristal dapat terjadi secara spontan, sehingga kristalisasi pada daerah ini sangat mungkin terjadi.

Pada diagram temperatur - konsentrasi, suatu larutan yang terletak pada titik A, jika larutan itu didinginkan tanpa kehilangan volume solven (garis ABC), maka pembentukan inti secara spontan tidak dapat terjadi sampai kondisi C tercapai. Namun hal yang dapat terjadi jika sedikit saja kondisi daerah labil terlampaui, maka

beberapa dari larutan akan menjadi sangat lengket, dan akan membentuk semacam gelas, sehingga pembentukan inti dapat dicegah karena adanya peristiwa ini. Larutan lewat jenuh dapat juga dicapai dengan mengurangi sejumlah volume solven dari larutannya pada proses penguapan. Garis ADE menunjukkan hal ini, yaitu jika larutan pada titik A diuapkan pada temperatur konstan. Penetrasi ke dalam daerah labil jarang terjadi, karena larutan di dekat permukaan evaporasi lebih lewat jenuh dibanding di dalam larutan, sehingga kristalisasi akan terjadi di permukaan. Selanjutnya kristal yang terbentuk akan jatuh ke bawah dan akan mendorong terbentuknya kristal yang baru di dalam larutan. Jadi proses evaporating crystalization pembentukan kristal akan mulai terjadi sebelum kondisi di titik E tercapai.

2.6. Kelarutan dan Hasil kali Kelarutan

Jika suatu larutan menjadi terlalu jenuh (lewat jenuh), maka akan terjadi endapan (zat yang memisahkan diri sebagai fasa padat yang keluar dari larutan). Endapan ini dapat berupa kristal atau koloid. Larutan lewat jenuh dapat didefinisikan sebagai larutan yang mengandung zat terlarut dalam jumlah yang diperlukan untuk adanya kesetimbangan antara zat terlarut yang larut dan yang tidak larut. Banyaknya zat terlarut yang melarut dalam pelarut yang banyaknya tertentu, untuk menghasilkan larutan jenuh disebut kelarutan zat itu. (Vogel, 1979).

Dalam larutan jenuh, suatu elektrolit berada dalam sistem kesetimbangan yang mana berlaku hukum aksi massa. Untuk larutan elektrolit kuat A_xB_y , terionisasi menjadi ion A^{z^+} dan B^{z^-} :



Hasil kali antara aktivitas ion-ion ini dalam larutan jenuh adalah konstan dan harganya disebut sebagai konstanta hasil kali kelarutan atau hasil kali kelarutan, K_{sp} .

Harga hasil kalikelarutan akan berkurang jika terdapat ion sejenis. Hal ini karena jika konsentrasi ion sejenis tinggi, maka konsentrasi ion lainnya harus menjadi rendah dalam larutan jenuh zat itu, sehingga kelebihan zat itu akan diendapkan. Efek ion asing terhadap kelarutan endapan adalah kebalikannya, yaitu menyebabkan kenaikan kelarutan. Penjelasan hal ini dapat dilihat dari harga K_{sp} .

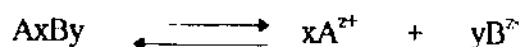
$$K_{sp} = a_{AZ^+}^x \cdot a_{AZ^-}^y = C_{AZ^+}^x \cdot f_A z^{-x} \cdot C_{BZ^+}^y \cdot f_B z^{-y}$$

Karena koefisien aktifitas f_{AZ^+} dan f_{BZ^-} tergantung pada konsentrasi semua ion (baik sejenis maupun ion asing) dalam larutan, maka makin tinggi konsentrasi total ion-ion dalam larutan, sehingga menyebabkan kekuatan ion makin besar, akibatnya koefisien aktifitas menjadi makin rendah. Dengan demikian konsentrasi A^{z+} dan B^{z-} harus bertambah agar hasil kali kelarutan tetap. (Brady, 1982).

2.7. Kesetimbangan ion dan Hukum Aksi Massa

Menurut Arrhenius (1887), molekul-molekul elektrolit bila dilarutkan dalam air akan terionisasi, dan ion-ion yang terbentuk berada dalam sistem kesetimbangan dengan molekul-molekul elektrolit yang tidak terionisasi.

Untuk larutan elektrolit A_xB_y , ionisasinya dapat ditulis sebagai berikut :



dengan Z^+ dan Z^- adalah muatan ion. Aktivitas elektrolit keseluruhan a_2 didefinisikan sebagai hasil kali aktivitas kation dan anion : $a_2 = a_+^x \cdot a_-^y$

Harga aktivitas rata-rata, a_{\pm}

$$a_{\pm} = [a_2]^{1/\nu} = [a_+^x \cdot a_-^y]^{1/\nu}, \text{ dengan } \nu = x + y$$

Hubungan konsentrasi dan aktivitas kation dan anion :

$$a_+ = c_+ \cdot f_+$$

$$a_- = c_- \cdot f_-$$

c_+ dan c_- = konsentrasi molar ion

f_+ dan f_- = koefisien aktivitas ion

$$\begin{aligned} \text{Dengan demikian } a_2 &= [c_+ \cdot f_+]^x [c_- \cdot f_-]^y \\ &= [c_+^x \cdot c_-^y] [f_+^x \cdot f_-^y] \end{aligned}$$

dan harga aktivitas rata-rata menjadi :

$$a_{\pm} = [a_2]^{1/\nu} = [c_+^x \cdot c_-^y]^{1/\nu} [f_+^x \cdot f_-^y]^{1/\nu}$$

$[f_+^x \cdot f_-^y]^{1/\nu}$ disebut koefisien aktivitas rata-rata dari elektrolit, f .

$$f = [f_+^x \cdot f_-^y]^{1/\nu}$$

Koefisien aktivitas berubah dengan konsentrasi, karena aktivitas suatu ion tertentu tergantung pada semua spesi ion yang terdapat pada larutan. Lewis dan Randall (1921) memperkenalkan besaran kekuatan ion yaitu I , $I = 1/2 \sum c_i z_i^2$

Korelasi antara koefisien aktivitas dan kekuatan ion dapat dideduksi dari hubungan kuantitatif teori Debye Huckel, yaitu :

$$\log f_1 = \frac{-A a_i^2 (I)^{1/2}}{1 - B a_i (I)^{1/2}}$$

a_i = diameter ion rata-rata.

Untuk temperatur dan pelarut tertentu, A dan B berharga tetap yaitu :

$$A = \frac{e^3}{2.303 (DkT)^{3/2}} \left[\frac{2\pi N}{1000} \right]^{1/2}$$

$$B = \left[\frac{8\pi Ne^2}{1000DkT} \right]^{1/2}$$

dengan, e = muatan elektron

D = konstanta dielektrik pelarut

T = temperatur absolut (K)

k = konstanta Boltzmann

N = tetapan Avogadro

2.8. Produk kristal (crystal yield)

Proses kristalisasi dengan penguapan untuk pelarut air pada temperatur konstan akan menghasilkan kristal yang dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$Y = \frac{W.R [c_o - c_f(1 - v)]}{1 - c_f(R - 1)}$$

dimana , Y = produk kristal (crystal yield) (kg)

W = massa air mula-mula (kg)

R = ratio BM hidrat dan anhidrat (untuk garam yang tidak mempunyai hidrat, maka harga R = 1).

c_o = konsentrasi larutan mula-mula

c_f = konsentrasi larutan akhir

c_o dan c_f dalam kg anhidrat / kg air

v = air yang hilang karena penguapan (kg / kg air mula-mula)

Hilangnya air karena penguapan dapat dicari dengan persamaan berikut :

$$V = \frac{q \cdot R (c_o - c_f) + c(t_o - t_f)[1 - c_f(R - 1)]}{\lambda [1 - c_f(R - 1)] - q R c_f}$$

dengan , q = panas kristalisasi produk (J / kg)

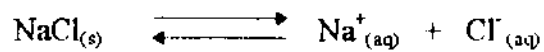
c = kapasitas panas larutan (J / (kg . K))

λ = panas penguapan laten pelarut (J / kg)

2.9. Tinjauan kristal NaCl

Kristal NaCl adalah termasuk dalam kristal ionik, berbentuk kubik, titik lelehnya 800.8°C , titik didihnya 1465°C , densitas 2.165 g/cm^3 , indeks refraktif $D = 1.544$ dan mempunyai panas pembentukan 517.1 J/kg .

Dalam pelarut air kristal NaCl akan terionisasi secara sempurna dan berada dalam sistem kesetimbangan :



Kelarutan NaCl dalam pelarut air pada berbagai temperatur adalah sebagai berikut.

Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)	Kelarutan (g / 100 g air)
50	37.0
60	37.3
70	37.8
80	38.4
90	39.0
100	39.8

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Bahan dan Alat

3.1.1 Bahan-bahan

- Sampel garam rakyat
- NaCl
- Kertas saring
- Aluminium foil
- CaCO_3
- MgCO_3
- $\text{Fe}(\text{OH})_3$

3.1.2. Alat-alat

- Beker glas
- Pipet tetes
- Pipet volum
- Gelas ukur
- Corong
- Penangas air
- Cawan
- Pompa vacuum
- Mortar
- Gelas arloji
- Pengaduk
- Termometer
- Propipet
- AAS
- Botol semprot
- Oven
- Botol sampel

3.2. Variabel-variabel Penelitian

1. Variabel bebas : - suhu pemanasan pada interval 50°C - 100°C
 - waktu pemanasan pada interval 1 - 3 jam.

2. Variabel terikat : - produk kristal garam.
- kemurnian garam NaCl.

3.3. Prosedur Kerja

1. Garam rakyat dilarutkan dalam air sampai jenuh pada suhu kamar.
2. Larutan jenuh garam disaring dengan kertas saring.
3. 50 ml filtrat jenuh dimasukkan dalam beker glass 100 ml kemudian dipanaskan dengan pemanas air pada suhu 100° C dengan variasi waktu 1 jam, 1.5 jam, 2 jam, 2.5 jam, dan 3 jam.,
4. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100° C selama 3 jam.
5. Timbang produk kering garam.
6. Lakukan percobaan No. 3 sampai No.5 untuk suhu pemanasan 90° C, 80° C, 70° C, 60° C, dan 50° C.
7. Tentukan kemurnian garam NaCl untuk masing-masing produk untuk suhu 50° C - 100° C dan waktu pemanasan 1 jam - 3 jam.
8. Tentukan kadar Ca^{2+} , Mg^{2+} dan Fe^{3+} masing-masing produk untuk suhu pemanasan 50° C - 100° C dan waktu pemanasan 1 jam saja.
9. Lakukan kristalisasi tingkat II dengan suhu 50° C dan waktu pemanasan 1 jam.
10. Uji kemurnian kristalisasi tingkat II dengan AAS.

3.4. Uji Statistik

- Analisa regresi.
- Analisa varians.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Penelitian

4.1.1. Produk garam hasil kristalisasi tingkat I untuk berbagai temperatur dan waktu pemanasan.

Tabel 4. Produk garam (gram) untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada temperatur 50° C-100° C.

		TEMPERATUR (Derajat Celcius)					
		50	60	70	80	90	100
W A K T U	1 jam	0.2945	0.8257	0.8916	3.1146	3.0106	2.2637
		0.2735	0.9439	1.0624	3.0808	2.9412	3.4989
P E M A N A N	1.5 jam	0.2627	0.8620	1.2330	2.7900	3.2833	3.1791
		0.7145	1.6577	2.2770	3.9311	5.0215	5.4965
S A M A	2 jam	0.7323	1.4431	2.0398	3.0799	4.7823	5.5551
		0.7258	1.5329	2.1140	3.2446	4.6925	5.5172
A N D A	2.5 jam	0.9129	2.1911	3.0962	5.4982	5.9832	7.4387
		0.9259	2.0993	3.1870	5.3621	6.1082	7.1436
S A M A	3 jam	0.9473	2.2998	2.8240	5.3842	6.5530	7.5632
		1.2142	2.8642	3.1611	6.6402	7.1432	9.0266
A N D A	3 jam	1.3002	2.6158	4.0797	7.0869	7.4242	8.2101
		1.4699	2.6351	3.6107	6.7408	7.4589	9.0132
S A M A	3 jam	1.7042	3.6307	4.8893	8.0822	9.2921	9.9850
		1.8055	4.1797	5.0980	8.1009	9.4201	10.8090
A N D A	3 jam	1.7373	3.5446	5.4909	8.4168	9.2508	9.8722

Tabel 5. Produk garam rata-rata (gram) untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada temperatur 50° C - 100° C.

		TEMPERATUR (derajat celcius)					
		50	60	70	80	90	100
Waktu Pemanasan	1 jam	0.2769	0.8772	1.0623	2.9951	3.0783	3.1051
	1.5 jam	0.7242	1.5446	2.1935	3.4148	4.8321	5.5227
	2 jam	0.9287	2.1967	3.0347	5.4148	6.2148	7.3818
	2.5 jam	1.3281	2.7050	3.6192	6.8226	7.3421	8.7499
	3 jam	1.7490	3.7850	5.1594	8.1999	9.3210	10.2221

4.1.2. Recovery produk rata-rata garam (% w) hasil kristalisasi I untuk berbagai suhu dan waktu pemanasan

$$\text{Recovery} = \frac{\text{berat produk garam yang terbentuk}}{\text{berat garam rakyat yang dilarutkan menjadi larutan jenuh}} \times 100 \%$$

Tabel 6. Recovery produk rata-rata garam (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada suhu 50° C - 100° C.

		TEMPERATUR (° C)					
		50	60	70	80	90	100
Waktu Pemanasan	1 jam	1.3186	4.1771	5.0586	14.2624	14.6586	14.7862
	1.5 jam	3.4486	7.3552	10.4452	16.2609	23.0126	26.2960
	2 jam	4.4424	10.4801	14.4512	25.7848	29.5942	35.1514
	2.5 jam	6.3243	12.8809	17.2343	32.4886	34.9624	41.6662
	3 jam	8.3286	18.0236	24.5686	39.0471	44.3857	48.6767

4.1.3. Kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I untuk berbagai suhu dan waktu pemanasan.

Tabel 7. Kemurnian garam NaCl (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 - 3 jam pada suhu 50° C - 100° C.

		TEMPERATUR (derajat celcius)					
		50	60	70	80	90	100
Waktu Pemanasan	1 jam	93.245	93.705	93.892	94.001	94.322	95.021
	1.5 jam	93.273	93.742	93.869	94.113	94.372	95.241
	2 jam	94.117	94.187	94.201	94.329	94.423	95.279
	2.5 jam	95.023	95.2920	95.317	95.439	95.812	96.006
	3 jam	95.1260	95.32	95.401	95.421	95.9850	96.192

4.1.4. Kadar impuritis produk garam hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 jam pada berbagai suhu pemanasan

Tabel 8. Kadar impuritis produk garam (% w) hasil kristalisasi I untuk waktu pemanasan 1 jam pada suhu 50° C - 100° C

		Temperatur (o C) - Waktu pemanasan 1 jam					
		50	60	70	80	90	100
Kadar Impuritis	Mg	1.942	1.341	1.202	1.089	1.020	0.682
	Ca	1.132	1.245	1.323	1.402	1.425	1.521
	Fe	0.111	0.196	0.251	0.345	0.355	0.371

4.1.5. Perbandingan kemurnian garam NaCl dan kadar impuritisnya hasil kristalisasi I, kristalisasi II untuk waktu pemanasan 1 jam pada suhu 50° C dengan garam rakyat.

Tabel 9. Perbandingan kemurnian garam NaCl dan kadar impuritisnya hasil kristalisasi I, kristalisasi II untuk waktu pemanasan 1 jam pada suhu 50° C dengan garam rakyat

	Garam Rakyat	Suhu 50 derajat celcius Waktu 1 jam	
		Kristalisasi I	Kristalisasi II
Na	88.201%	93.245%	96.392%
Mg	1.673%	1.942%	0.241%
Ca	1.165%	1.132%	0.651%
Fe	0.653%	0.111%	0.110%

4.2. Analisa Data

4.2.1. Analisa uji pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap produk kristal garam hasil kristalisasi I.

Untuk menguji ada atau tidaknya pengaruh yang bermakna pada penentuan produk garam hasil kristalisasi I antar waktu pemanasan, antar suhu pemanasan serta interaksi waktu dan suhu pemanasan maka digunakan analisa varian (Anava).

Analisa varian (ANAVA) untuk respon Y (produk) karena faktor A (temperatur) dapat dilihat pada tabel-tabel berikut. Tabel untuk perhitungan Anava sebagaimana tabel 4. Dari tabel tersebut kemudian dihitung menggunakan dengan software statgraf, hasilnya dapat dilihat pada tabel 10 berikut ini .

Tabel 10. Tabel Anava untuk pengaruh suhu dan waktu pemanasan terhadap produk

Sumber variasi	JK	dK	RJK	F-ratio	F-tabel
Perlakuan					
A	429.04489	5	85.808979	1424.387	2.37
B	221.15744	4	55.289360	917.776	2.52
AB	45.28813	20	2.264406	37.588	1.75
Kekeliruan	3.61456	60	0.060242		
Jumlah	699.10503	89			

Dari tabel 10 didapatkan harga F-ratio untuk pengaruh faktor A (faktor temperatur pemanasan) sebesar F-ratio = 1424.387, dari tabel distribusi F, dengan dk

pembilang $v_1 = 5$, dan dk penyebut $v_2 = 60$, maka didapatkan harga F -tabel = 2.37, dengan harga $p = 0.05$ (tingkat kepercayaan 95 %). Oleh karena F -ratio (hasil perhitungan) lebih besar dibanding F -tabel, maka *Ho ditolak*, artinya ada perbedaan yang sangat berarti antara masing-masing temperatur pemanasan yang divariasikan terhadap produk kristal garam yang dihasilkan.

Dari tabel 10 didapatkan juga harga F -ratio untuk pengaruh faktor B (faktor waktu pemanasan) sebesar F -ratio = 917.776, dari tabel distribusi F , dengan dk pembilang $v_1 = 4$, dan dk penyebut $v_2 = 60$, maka didapatkan harga F -tabel = 2.52, dengan harga $p = 0,05$ (tingkat kepercayaan 95 %). Oleh karena F -ratio (hasil perhitungan) lebih besar dibanding F -tabel, maka *Ho ditolak*, artinya ada perbedaan yang sangat berarti antara masing-masing waktu pemanasan yang divariasikan terhadap produk kristal garam yang dihasilkan. Dari tabel 10 didapatkan juga F -ratio untuk interaksi faktor A (temperatur pemanasan) dan faktor B (faktor waktu pemanasan) sebesar F -ratio = 37.558, dari tabel distribusi F , dengan dk pembilang $v_1 = 20$, dan dk penyebut $v_2 = 60$ didapatkan harga F -tabel = 1.75 dengan harga $p = 0.05$ (tingkat kepercayaan 95 %). Oleh karena F -ratio (hasil perhitungan) lebih besar F -tabel, maka *Ho ditolak*, artinya ada perbedaan yang berarti pada interaksi antara waktu dan suhu pemanasan yang divariasikan terhadap produk kristal garam yang dihasilkan.

4.2.2. Penentuan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap produk

Dari analisa dengan menggunakan Statgraf didapatkan koefisien-koefisien persamaan hubungan antar waktu dan suhu pemanasan terhadap produk, sebagaimana tertera pada tabel 11 berikut ini.

Tabel 11. Koefisien persamaan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap produk.

Variabel	Koefisien	Standard error	t - ratio
Konstan	-9.770123	0.466149	-20.9592
Suhu pemanasan	0.126237	0.005132	24.5975
Waktu pemanasan	2.214282	0.123953	17.8639

R - kuadrat (R-square) = 0.9120

Dari tabel tersebut didapatkan persamaan :

$$Y = -9.770123 + 0.126237X_1 + 2.214282X_2$$

dimana : X_1 = suhu pemanasan dan X_2 = waktu pemanasan

Analisa varians untuk model persamaan regresi tersebut tertera pada tabel 12 berikut ini.

Tabel 12. Analisa varians untuk regresi persamaan pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap produk.

Sumber	JK	dK	RJK	F-ratio	F-tabel
Model	638.954	2	319.477	462.077	3.95
Kekeliruan	60.1512	87	0.691393		
Jumlah	699.105	89			

R-kuadrat (R-square) = 0.91396

Dari tabel tersebut didapatkan harga F-ratio (hasil perhitungan) = 462.077, dan dari tabel distribusi F, dengan $v_1 = 2$ dan $v_2 = 87$ didapatkan harga F-tabel = 3.95 dengan $p = 0.05$. Oleh karena harga F-ratio lebih besar dari F-tabel maka *Ho ditolak*, artinya bahwa model regresi tersebut sangat sesuai untuk menggambarkan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap produk garam.

4.2.3. Analisa uji pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam

NaCl hasil kristalisasi I.

Untuk menguji ada atau tidaknya pengaruh yang bermakna pada penentuan kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I antar waktu pemanasan, antar suhu pemanasan serta interaksi waktu dan suhu pemanasan maka digunakan analisa varian (Anava).

Analisa varian (ANAVA) untuk respon Y (kemurnian) karena faktor A (temperatur) dapat dilihat pada tabel-tabel berikut. Tabel untuk perhitungan Anava sebagaimana tabel 7. Dari tabel tersebut kemudian dihitung menggunakan dengan software statgraf, hasilnya dapat dilihat pada tabel 13 berikut ini.

Tabel 13. Tabel Anava untuk pengaruh suhu dan waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl.

Sumber variasi	JK	dK	RJK	F-ratio	F-tabel
Perlakuan					
A	13.437902	4	3.3594756	112.040	2.87
B	5.870702	5	1.1741404	39.158	2.71
Kekeliruan	0.599693	20	0.0299847		
Jumlah	19.908298	29			

Dari tabel 13 didapatkan harga F-ratio untuk pengaruh faktor A (faktor waktu pemanasan) sebesar F-ratio = 112.040, dari tabel distribusi F, dengan dk pembilang $v_1 = 4$, dan dk penyebut $v_2 = 20$, maka didapatkan harga F-tabel = 2.87, dengan harga $p = 0.05$ (tingkat kepercayaan 95 %). Oleh karena F-ratio (hasil perhitungan) lebih besar dibanding F-tabel, maka *Ho ditolak*, artinya ada perbedaan yang sangat berarti antara masing-masing waktu pemanasan yang divariasikan terhadap kemurnian garam NaCl yang dihasilkan.

Dari tabel 13 didapatkan juga harga F-ratio untuk pengaruh faktor B (faktor suhu pemanasan) sebesar F-ratio = 39.158, dari tabel distribusi F, dengan dk pembilang $v_1 = 5$, dan dk penyebut $v_2 = 20$, maka didapatkan harga F-tabel = 2.71, dengan harga $p = 0,05$ (tingkat kepercayaan 95 %). Oleh karena F-ratio (hasil perhitungan) lebih besar dibanding F-tabel, maka *Ho ditolak*, artinya ada perbedaan yang sangat berarti antara masing-masing suhu pemanasan yang divariasikan terhadap kemurnian garam NaCl yang dihasilkan.

4.2.4. Penentuan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl

Dari analisa dengan menggunakan Statgraf didapatkan koefisien-koefisien persamaan hubungan antar waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl, sebagaimana tertera pada tabel 14 berikut ini.

Tabel 14. Koefisien persamaan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl

Variabel	Koefisien	Standard error	t - ratio
Konstan	91.09139	0.305318	298.3489
Suhu pemanasan	0.024693	0.003361	7.3458
Waktu pemanasan	0.890833	0.081187	10.9727

R - kuadrat (R-square) = 0.8560

Dari tabel tersebut didapatkan persamaan :

$$Y = 91.09139 + 0.02469X_1 + 0.890833X_2$$

dimana : X_1 = suhu pemanasan dan X_2 = waktu pemanasan

Analisa varians untuk model persamaan regresi tersebut tertera pada tabel 15 berikut ini.

Tabel 15. Analisa varians untuk regresi persamaan pengaruh waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl

Sumber	JK	dK	RJK	F-ratio	F-tabel
Model	17.2388	2	8.61942	87.1803	3.35
Kekeliruan	2.66946	27	0.098869		
Jumlah	19.9083	29			

R-kuadrat (R-square) = 0.865912

Dari tabel tersebut didapatkan harga F-ratio (hasil perhitungan) = 87.1803, dan dari tabel distribusi F, dengan $v_1 = 2$ dan $v_2 = 27$ didapatkan harga F-tabel = 3.35 dengan $p = 0.05$. Oleh karena harga F-ratio lebih besar dari F-tabel maka *H₀ ditolak*, artinya bahwa model regresi tersebut sangat sesuai untuk menggambarkan hubungan antara waktu dan suhu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl.

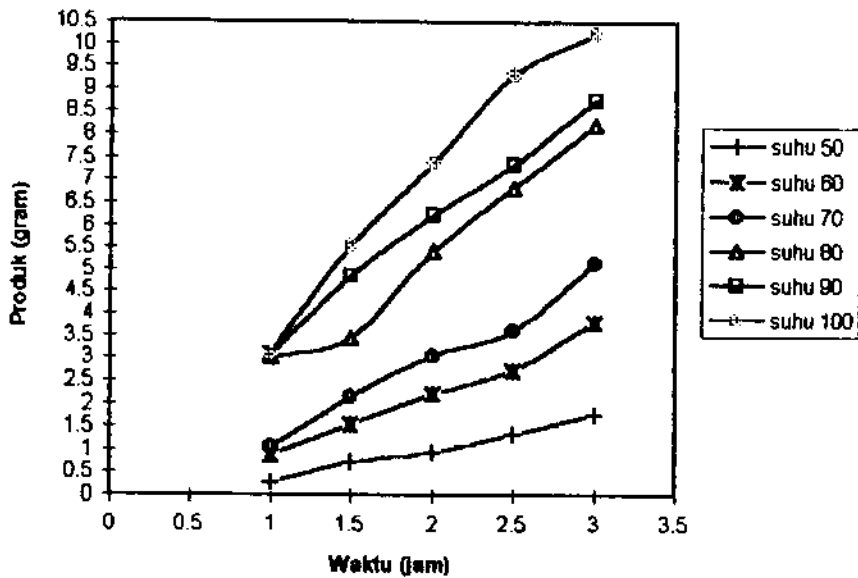
4.3. Pembahasan

4.3.1. Prosedur Percobaan

Pada penelitian ini dipilih suhu pemanasan $50^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$ dan interval waktu pemanasan 1 - 3 jam karena suhu pemanasan kurang dari 50°C akan mempersulit pengamatan atau pengambilan datanya, sebab membutuhkan waktu pengamatan diatas 24 jam. Dengan interval suhu pemanasan $50^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$ dapat dilakukan waktu kristalisasi 1 - 3 jam. Kadar Impurities Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} hanya ditentukan pada pemanasan selama 1 jam saja. Ini dikarenakan harga Ksp $\text{Fe}(\text{OH})_3$, Ksp CaCO_3 dan MgCO_3 lebih kecil dibanding harga Ksp NaCl sehingga pada saat NaCl mulai mengkristal impurities tersebut sudah habis mengendap. Dipilih suhu pemanasan optimum 50°C untuk kristalisasi tingkat II karena suhu pemanasan tersebut lebih dekat dengan suhu pemanasan oleh sinar matahari.

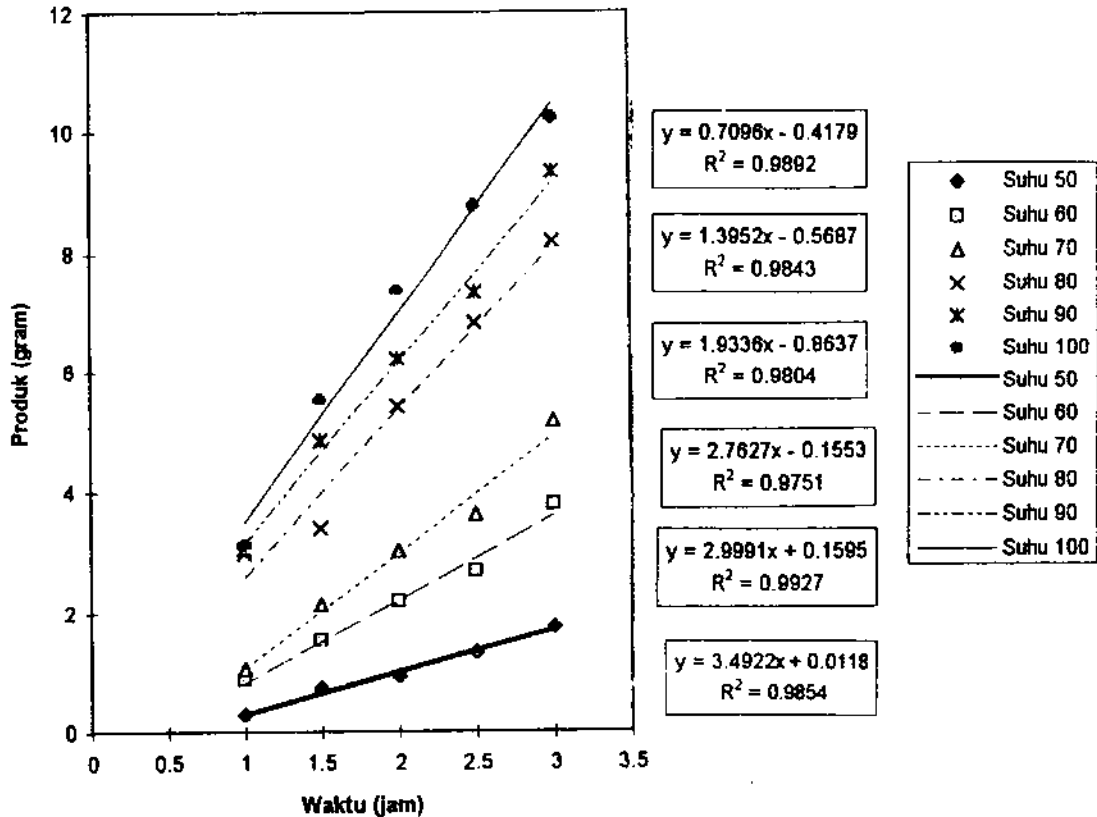
4.3.2. Pengaruh waktu pemanasan terhadap produk garam

Pengaruh waktu pemanasan terhadap terhadap produk garam hasil kristalisasi tingkat I tertera pada gambar 2 dibawah ini.



Gambar 2. Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I.

Dari grafik diatas nampak ada hubungan linier antara waktu pemanasan dengan produk kristal NaCl yaitu makin lama waktu pemanasan, makin tinggi produk garam yang diperoleh. Hal ini dikarenakan makin lama waktu pemanasan, proses kristalisasi berlangsung lebih lama. Oleh karena grafik tersebut tidak menunjukkan adanya titik belok, berarti pada pemanasan selama 3 jam proses kristalisasi masih berlangsung terus. Hubungan linier antara waktu pemanasan dan produk garam hasil kristalisasi tingkat I tersebut dapat dinyatakan dengan persamaan regresi seperti pada gambar 3 di bawah ini :

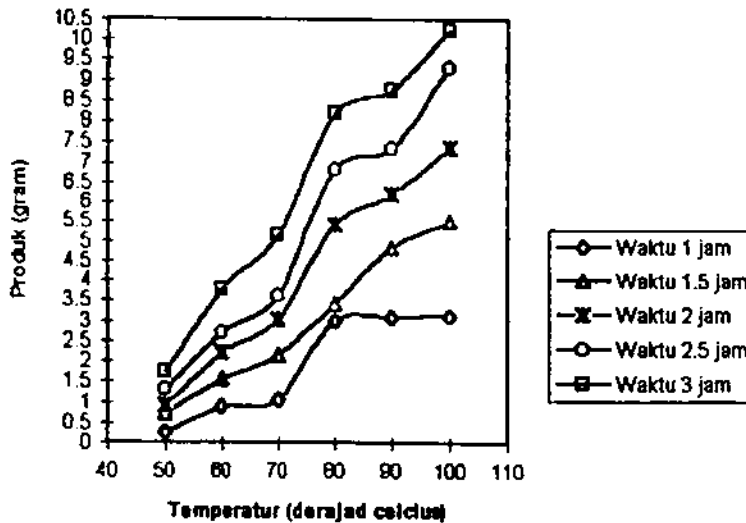


Gambar 3. Grafik persamaan regresi dari pengaruh waktu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I.

Pada grafik diatas nampak bahwa makin tinggi suhu pemanasan, makin besar sudut kemiringan persamaan regresinya.

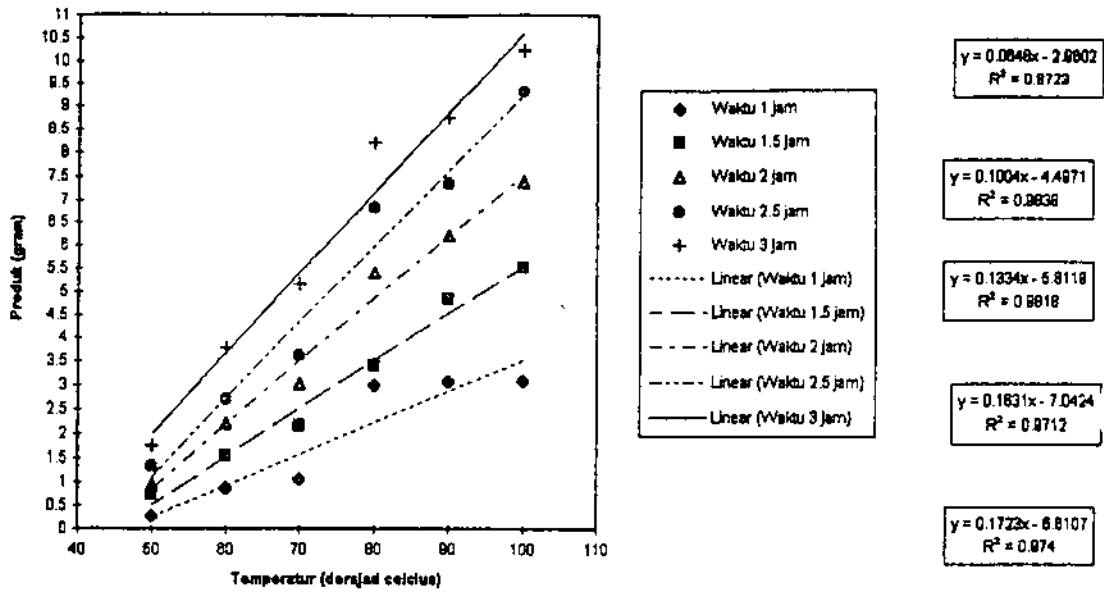
4.3.3. Pengaruh suhu pemanasan terhadap produk garam

Pengaruh suhu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I tertera pada gambar 4 berikut ini.



Gambar 4. Grafik pengaruh suhu pemanasan terhadap produk garam hasil kristalisasi I

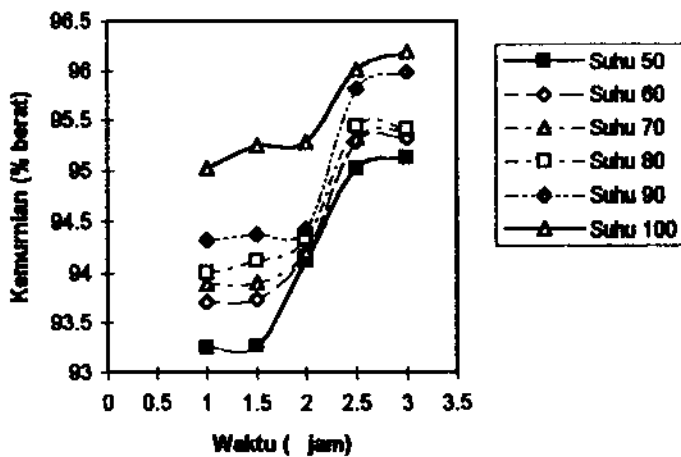
Dari grafik diatas nampak bahwa ada hubungan linier antara suhu pemanasan dengan produk garam, yakni makin tinggi suhu pemanasan, maka makin tinggi produk garam. Hal ini disebabkan karena makin tinggi suhu pemanasan, maka proses penguapan berlangsung lebih cepat dan kondisi larutan lewat jenuh lebih cepat tercapai. Oleh karena grafik tersebut tidak menunjukkan adanya titik belok, berarti pemanasan pada suhu 100°C selama 3 jam kristalisasi belum berhenti. Hubungan tersebut dapat dinyatakan dengan gambar 5 dibawah ini. Nampak juga bahwa makin lama waktu pemanasan, makin besar sudut kemiringan persamaan regresinya.



Gambar 5. Grafik persamaan regresi dari pengaruh suhu pemanasan terhadap produk hasil kristalisasi I.

4.3.4. Pengaruh waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl.

Pengaruh waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I tertera pada gambar 6 berikut.

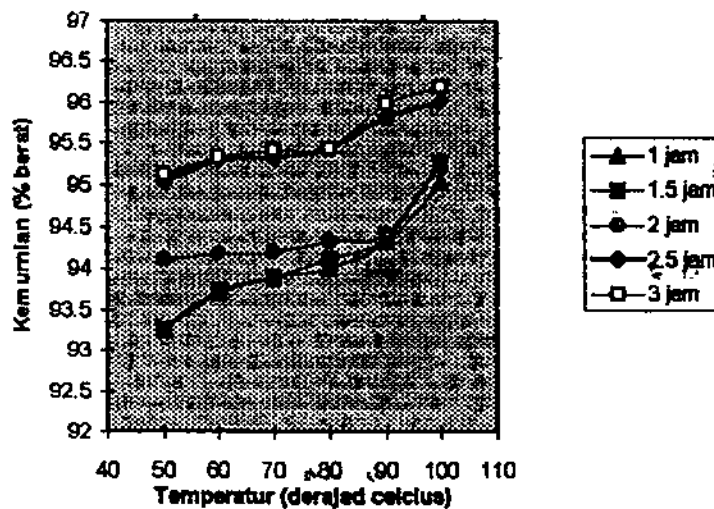


Gambar 6. Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl

Dari grafik diatas nampak bahwa makin lama waktu pemanasan, kemurnian NaCl makin tinggi. Ini disebabkan jumlah impurities dari garam Fe^{3+} , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} adalah tetap, sedangkan berat kristal NaCl nya makin lama pemanasan makin berat. Dikatakan berat impurities konstan selama pemanasan, karena $K_{sp} Fe(OH)_3$, $K_{sp} CaCO_3$, dan $K_{sp} MgCO_3$ lebih kecil dari $K_{sp} NaCl$ sehingga saat NaCl mulai mengkristal, garam-garam impurities telah mengendap semua.

4.3.5. Pengaruh suhu pemanasan terhadap kemurnian produk NaCl

Pengaruh suhu pemanasan terhadap kemurnian produk NaCl hasil kristalisasi I tertera pada gambar 7. berikut ini.



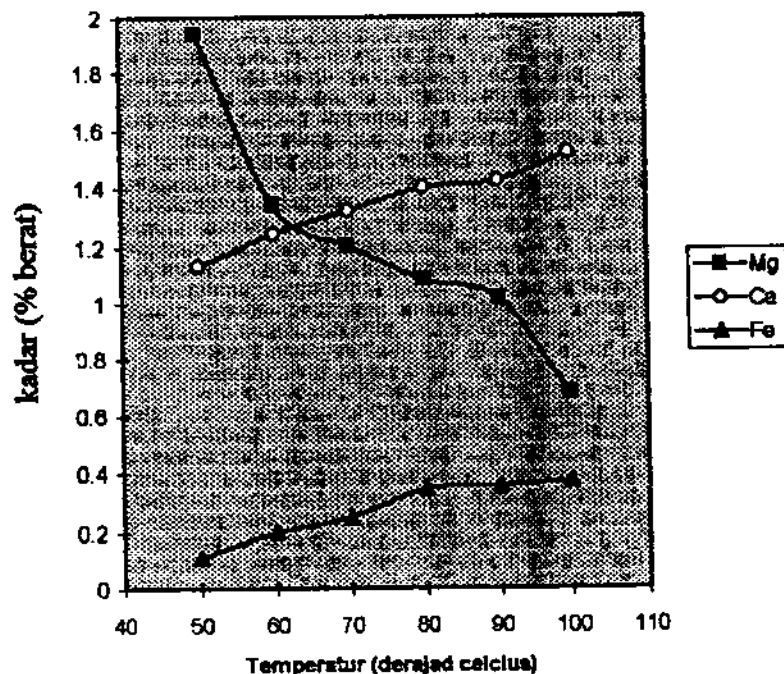
Gambar 7. Grafik pengaruh temperatur pemanasan terhadap kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi I

Dari grafik tersebut terlihat bahwa dari masing-masing temperatur pemanasan memperlihatkan bahwa semakin tinggi temperatur akan menghasilkan kemurnian garam NaCl yang tinggi pula. Hal ini berhubungan dengan derajat kelewat jenuhan dan hasil kali kelarutan (K_{sp}).

Semakin tinggi temperatur maka banyak pelarut yang menguap, sehingga mempertinggi derajat kelewatan jenuhan. Ini akan semakin mempercepat terbentuknya inti kristal sehingga akan terbentuk produk NaCl yang semakin besar sedangkan impuritasnya relatif konstan. Jadi dengan meningkatnya temperatur pemanasan juga akan meningkatkan kemurnian garam NaCl. Temperatur yang tinggi juga akan menyebabkan konstanta disosiasi semakin besar. Hal ini berarti akan memperbesar kelarutan masing-masing konsentrasi Na^+ dan konsentrasi Cl^- sehingga melampaui harga K_{sp} yang sebenarnya dari NaCl. Kelebihan konsentrasi ini akan diendapkan. Kemurnian NaCl ini merupakan kemurnian relatif bukan kemurnian mutlak.

4.3.6. Pengaruh Suhu pemanasan Terhadap Kadar Impuritis

Pengaruh suhu pemanasan terhadap kadar impuritis produk garam tertera dalam gambar 8 berikut ini.



Gambar 8. Grafik pengaruh berbagai suhu pemanasan dengan waktu pemanasan 1 jam terhadap kadar impuritis produk garam.

Dari grafik tersebut terlihat bahwa kadar Mg^{2+} semakin tinggi suhu pemanasan maka semakin menurun kadarnya, sedangkan kadar Ca^{2+} dan Fe^{3+} semakin naik. Hal ini disebabkan karena perbedaan harga Ksp. Mg^{2+} dalam bentuk senyawa $MgCO_3$ mempunyai $K_{sp} = 10^{-44}$, Ca^{2+} dalam bentuk $CaCO_3$ mempunyai $K_{sp} = 10^{-8,3}$, sedangkan Fe^{3+} dalam bentuk senyawa $Fe(OH)_3$ mempunyai $K_{sp} = 10^{-15,1}$. Karena $MgCO_3$ mempunyai Ksp paling besar maka dalam larutan jenuh garam akan mengendap atau mengkristal lebih belakang dibanding garam $CaCO_3$ dan $Fe(OH)_3$.

Selain itu Mg_2CO_3 karena mempunyai Berat Molekul (BM) yang lebih rendah dibanding $Fe(OH)_3$ dan $CaCO_3$ maka selama penguapan berlangsung garam $MgCO_3$ tersebut sebagian kecil ikut terperangkap dalam kabut uap dan bersama air. Ini terbukti bahwa sewaktu mulai mengkristal yang pertama membentuk kristal adalah di dinding beker glass bagian atas. Atau kalau kita pergi ke pantai meskipun tidak terkena air laut kulit tubuh kita terasa asin.

Pada penelitian ini hanya menganalisa kadar impuritis Ca^{2+} , Fe^{3+} dan Mg^{2+} . Hal ini disebabkan impuritis tersebut dalam garam NaCl mempunyai kadar yang tinggi.

4.3.7. Kemurnian garam NaCl hasil kristalisasi II

Dari tabel 9 diatas nampak bahwa kadar NaCl meningkat setelah di rekristalisasi yaitu naik 4.044 % untuk kristalisasi I dan 7.191 % untuk kristalisasi II, Sedangkan kadar Mg^{2+} , Ca^{2+} dan Fe^{3+} cenderung turun. Ini disebabkan bahwa ion-ion logam masih ada yang tertinggal dalam larutan jenuh NaCl yang tidak mengkristal

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Pengaruh waktu pemanasan interval 1-3 jam pada interval suhu pemanasan 50° C - 100° C memberikan hubungan yang linier terhadap produk dan kemurnian garam NaCl.
2. Kristalisasi bertingkat dapat meningkatkan kemurnian garam NaCl. Untuk pemanasan 1 jam pada suhu 50° C diperoleh kadar NaCl untuk kristalisasi I adalah 93,245% dan kristalisasi II adalah 96,392%.
3. Pada pemanasan 50° C selama 1 jam kadar impuritis hasil kristalisasi I adalah $\text{Ca}^{2+} = 1.132\%$, $\text{Mg}^{2+} = 1.942\%$ dan $\text{Fe}^{3+} = 0.111\%$ sedangkan kristalisasi II adalah $\text{Ca}^{2+} = 0.651\%$, $\text{Mg}^{2+} = 0.241\%$ dan $\text{Fe}^{3+} = 0.110\%$

5.2. Saran

Perlu dilakukan lebih lanjut mengenai:

1. Pengaruh impuritis terhadap kecepatan pembentukan kristal.
2. Pengaruh konsentrasi garam yang diuapkan dan penambahan karbon aktif terhadap produk dan kemurnian garam NaCl.
3. Dilakukan kristalisasi bertingkat dengan pemilihan pelarut yang sesuai.
4. Pengaruh luas tempat penguapan larutan jenuh garam terhadap kecepatan pembentukan kristal.
5. Pengaruh penguapan terhadap jumlah garam-garam yang ikut menguap.

DAFTAR PUSTAKA

- Alexevey, 1980, *Qualitative Chemical Semimicro Analisis*, Mir Publiser, Moscow.
- Box, G. E. P. and Hunter, W. G., 1978, *Statistical for Experimenters*1, John Wily & Sons, New York.
- Brady E. S., 1982, *General Chemistry Principles and Structure 2nd Ed.*, John Wily & Sons, New York.
- Djunkah E., 1990, *Proses Pencucian Garam Curai/Rakyat*, Balai Penelitian dan Pengembangan Industri, Surabaya.
- Drapper H. R. and H. Smith, 1981, *Applied Regression Analysis, 2nd Ed.*, John Wily & Sons, New York.
- Ewing W. G., 1985, *Instrumental Methods of Chemical Analysis, 5th Ed.*, Mc Graw - Hill Book Co., New York.
- Harjadi, W., 1986, *Ilmu Kimia Analitik Dasar*, PT. Gramedia, Jakarta.
- Mustafa Z.E.Q., 1992, *Paduan Microstat untuk Mengelola Data Statistik*, Penerbit Andi Offset, Yogyakarta.
- Sudjana, M.A.Dr, 1982, *Desain dan Analisis Eksperimen*, Penerbit Tarsito, Bandung.
- Sutoyo, 1990, *Kondisi Optimum Pemurnian Garam NaCl*, Tesis FMIPA Statistik ITS, Surabaya.
- Underwood and Day, R. A., 1986, *Analisa Kimia Kuantitatif*, Edisi keempat, terjemahan R. Soendoro, Penerbit Airlangga, Jakarta.
- Vogel, 1979, *Text Book of Macro and Semimic Qualitative Inorganik, 5th Ed.*, Longman and New York.

LAMPIRAN - LAMPIRAN

L - 1. Daftar tabel distribusi F

U ₂ = dk penyebut	U ₁ = dk pembilang																																																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	16	20	24	30	40	50	75	100	200	500	∞																									
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,97	2,94	2,91	2,86	2,82	2,77	2,74	2,70	2,67	2,64	2,61	2,59	2,56	2,55	2,54	10,04	7,56	6,55	5,99	5,64	5,39	5,21	5,06	4,95	4,85	4,78	4,71	4,60	4,52	4,41	4,33	4,25	4,17	4,12	4,05	4,01	3,96	3,93	3,91	
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,86	2,82	2,78	2,74	2,70	2,65	2,61	2,57	2,53	2,50	2,47	2,45	2,42	2,41	2,40	9,65	7,20	6,22	5,67	5,32	5,07	4,88	4,74	4,63	4,54	4,46	4,40	4,29	4,21	4,10	4,02	3,94	3,86	3,80	3,74	3,70	3,66	3,62	3,60	
12	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,92	2,85	2,80	2,76	2,72	2,69	2,64	2,60	2,54	2,50	2,46	2,42	2,40	2,36	2,35	2,32	2,31	2,30	9,33	6,93	5,95	5,41	5,06	4,82	4,65	4,50	4,39	4,30	4,22	4,16	4,05	3,98	3,86	3,78	3,70	3,61	3,56	3,49	3,46	3,41	3,38	3,36	
13	4,67	3,80	3,41	3,18	3,02	2,92	2,84	2,77	2,72	2,67	2,63	2,60	2,55	2,51	2,46	2,42	2,38	2,34	2,32	2,28	2,26	2,24	2,22	2,21	9,07	6,70	5,74	5,20	4,86	4,62	4,44	4,30	4,19	4,10	4,02	3,96	3,85	3,78	3,67	3,59	3,51	3,42	3,37	3,30	3,27	3,21	3,18	3,16	
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,77	2,70	2,65	2,60	2,56	2,53	2,48	2,44	2,39	2,35	2,31	2,27	2,24	2,21	2,19	2,16	2,14	2,13	8,86	6,51	5,56	5,03	4,69	4,46	4,28	4,14	4,03	3,94	3,86	3,80	3,70	3,62	3,51	3,43	3,34	3,26	3,21	3,14	3,11	3,06	3,02	3,00	
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,70	2,64	2,59	2,55	2,51	2,48	2,43	2,39	2,33	2,29	2,25	2,21	2,18	2,15	2,12	2,10	2,08	2,07	8,68	6,36	5,42	4,89	4,56	4,32	4,14	4,00	3,89	3,80	3,73	3,67	3,56	3,48	3,36	3,29	3,20	3,12	3,07	3,00	2,97	2,92	2,89	2,87	
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,45	2,42	2,37	2,33	2,28	2,24	2,20	2,16	2,13	2,09	2,07	2,04	2,02	2,01	8,53	6,23	5,29	4,77	4,44	4,20	4,03	3,89	3,78	3,69	3,61	3,55	3,45	3,37	3,25	3,18	3,10	3,01	2,96	2,89	2,86	2,80	2,77	2,75	
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,62	2,55	2,50	2,45	2,41	2,38	2,33	2,29	2,23	2,19	2,15	2,11	2,08	2,04	2,02	1,99	1,97	1,96	8,40	6,11	5,18	4,67	4,34	4,10	3,93	3,79	3,68	3,59	3,52	3,45	3,35	3,27	3,16	3,08	3,00	2,92	2,86	2,79	2,76	2,70	2,67	2,65	
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,37	2,34	2,29	2,25	2,19	2,15	2,11	2,07	2,04	2,00	1,98	1,95	1,93	1,92	8,28	6,01	5,09	4,58	4,25	4,01	3,85	3,71	3,60	3,51	3,44	3,37	3,27	3,19	3,07	3,00	2,91	2,83	2,78	2,71	2,68	2,62	2,59	2,57	
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,55	2,48	2,43	2,38	2,34	2,31	2,26	2,23	2,18	2,12	2,08	2,04	1,99	1,96	1,92	1,90	1,87	1,85	1,84	8,18	5,93	5,01	4,50	4,17	3,94	3,77	3,63	3,52	3,43	3,36	3,30	3,19	3,12	3,00	2,92	2,84	2,76	2,70	2,63	2,60	2,54	2,51	2,49
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,52	2,45	2,40	2,35	2,31	2,28	2,23	2,18	2,12	2,08	2,04	1,99	1,96	1,92	1,90	1,87	1,85	1,84	8,10	5,85	4,94	4,43	4,10	3,87	3,71	3,56	3,45	3,37	3,30	3,23	3,13	3,05	2,94	2,86	2,77	2,69	2,63	2,56	2,53	2,47	2,44	2,42	
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,28	2,25	2,20	2,15	2,09	2,05	2,00	1,96	1,93	1,89	1,87	1,84	1,82	1,81	8,02	5,78	4,87	4,37	4,04	3,81	3,65	3,51	3,40	3,31	3,24	3,17	3,07	2,99	2,88	2,80	2,72	2,65	2,58	2,51	2,47	2,42	2,38	2,36	
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,47	2,40	2,35	2,30	2,26	2,23	2,18	2,13	2,07	2,03	1,98	1,93	1,89	1,87	1,84	1,81	1,80	1,78	7,94	5,72	4,82	4,31	3,99	3,76	3,59	3,45	3,35	3,26	3,18	3,12	3,02	2,94	2,83	2,75	2,67	2,58	2,53	2,46	2,42	2,37	2,33	2,31	
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,45	2,38	2,32	2,28	2,24	2,20	2,14	2,10	2,04	2,00	1,96	1,91	1,88	1,84	1,82	1,79	1,77	1,76	7,88	5,66	4,76	4,26	3,94	3,71	3,54	3,41	3,30	3,21	3,14	3,07	2,97	2,89	2,78	2,70	2,62	2,53	2,48	2,41	2,37	2,32	2,28	2,26	

DAFTAR D (lanjutan)

U ₂ = dk penyebut	U ₁ = dk pembilang																																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	16	20	24	30	40	50	75	100	200	500	∞																								
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,43	2,36	2,30	2,26	2,22	2,18	2,13	2,09	2,02	1,98	1,94	1,89	1,86	1,82	1,80	1,76	1,74	1,73	7,82	5,61	4,72	4,22	3,90	3,67	3,50	3,36	3,25	3,17	3,09	3,03	2,93	2,85	2,74	2,66	2,58	2,49	2,44	2,36	2,33	2,27	2,23	2,21
25	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,41	2,34	2,28	2,24	2,20	2,16	2,11	2,06	2,00	1,96	1,92	1,87	1,84	1,80	1,77	1,74	1,72	1,71	7,77	5,57	4,68	4,18	3,86	3,63	3,46	3,32	3,21	3,13	3,05	2,99	2,89	2,81	2,70	2,62	2,54	2,45	2,40	2,32	2,29	2,23	2,19	2,17
26	4,22	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,18	2,15	2,10	2,05	1,99	1,95	1,90	1,85	1,82	1,78	1,76	1,72	1,70	1,69	7,72	5,53	4,64	4,14	3,82	3,59	3,42	3,29	3,17	3,09	3,02	2,96	2,86	2,77	2,66	2,58	2,50	2,41	2,36	2,28	2,25	2,19	2,15	2,13
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,30	2,25	2,20	2,16	2,13	2,08	2,03	1,97	1,93	1,88	1,84	1,80	1,76	1,74	1,71	1,68	1,67	7,68	5,49	4,60	4,11	3,79	3,56	3,39	3,26	3,14	3,06	2,98	2,93	2,83	2,74	2,63	2,55	2,47	2,38	2,33	2,25	2,21	2,16	2,12	2,10
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,44	2,36	2,29	2,24	2,19	2,15	2,12	2,06	2,02	1,96	1,91	1,87	1,81	1,78	1,75	1,72	1,69	1,67	1,65	7,64	5,45	4,57	4,07	3,75	3,53	3,36	3,23	3,11	3,03	2,95	2,90	2,80	2,71	2,60	2,52	2,44	2,35	2,30	2,22	2,18	2,13	2,09	2,06
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,54	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,14	2,10	2,05	2,00	1,94	1,90	1,85	1,80	1,77	1,73	1,71	1,68	1,65	1,64	7,60	5,42	4,54	4,04	3,73	3,50	3,33	3,20	3,08	3,00	2,92	2,87	2,77	2,68	2,57	2,49	2,41	2,32	2,27	2,19	2,15	2,10	2,06	2,03
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,34	2,27	2,21	2,16	2,12	2,09	2,04	1,99	1,93	1,89	1,84	1,79	1,76	1,72	1,69	1,66	1,64	1,62	7,56	5,39	4,51	4,02	3,70	3,47	3,30	3,17	3,06	2,98	2,90	2,84	2,74	2,66	2,55	2,47	2,38	2,29	2,24	2,16	2,13	2,07	2,03	2,01
32	4,15	3,30	2,90	2,67	2,51	2,40	2,32	2,25	2,19	2,14	2,10	2,07	2,02	1,97	1,91	1,86	1,82	1,76	1,74	1,69	1,67	1,64	1,61	1,59	7,50	5,34	4,46	3,97	3,66	3,42	3,25	3,12	3,01	2,94	2,86	2,80	2,70	2,62	2,51	2,42	2,34	2,25	2,20	2,12	2,08	2,02	1,98	1,96
34	4,13	3,28	2,88	2,65	2,49	2,38	2,30	2,23	2,17	2,12	2,08	2,05	2,00	1,95	1,89	1,84	1,80	1,74	1,71	1,67	1,64	1,61	1,59	1,57	7,44	5,28	4,42	3,93	3,61	3,38	3,21	3,08	2,97	2,89	2,82	2,76	2,66	2,58	2,47	2,38	2,30	2,21	2,15	2,08	2,04	1,98	1,94	1,91
36	4,11	3,26	2,86	2,63	2,48	2,36	2,28	2,21	2,15	2,10	2,06	2,03	1,99	1,93	1,87	1,82	1,78	1,72	1,69	1,65	1,62	1,59	1,56	1,55	7,39	5,25	4,38	3,89	3,58	3,35	3,18	3,04	2,94	2,86	2,78	2,72	2,62	2,54	2,43	2,35	2,26	2,17	2,12	2,04	2,00	1,94	1,90	1,87
38	4,10	3,25	2,85	2,62	2,46	2,35	2,26	2,19	2,14	2,09	2,05	2,02	1,96	1,92	1,85	1,80	1,76	1,71	1,67	1,63	1,60	1,57	1,54	1,53	7,33	5,21	4,34	3,86	3,54	3,32	3,15	3,02	2,91	2,82	2,75	2,69	2,59	2,51	2,40	2,32	2,22	2,14	2,08	2,00	1,97	1,90	1,86	1,84
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,07	2,04	2,00	1,95	1,90	1,84	1,79	1,74	1,69	1,66	1,61	1,59	1,55	1,53	1,51	7,31	5,18	4,31	3,83	3,51	3,29	3,12	2,99	2,88	2,80	2,73	2,66	2,56	2,49	2,37	2,29	2,20	2,11						

DAFTAR D (lanjutan)

$v_1 = dk$ pembilang	$U_1 = dk$ pembilang																								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	16	20	24	30	40	50	75	100	200	500	∞	
50	4.08	3.18	2.79	2.64	2.40	2.29	2.20	2.12	2.07	2.02	1.98	1.95	1.90	1.85	1.78	1.74	1.69	1.65	1.60	1.56	1.52	1.48	1.44	1.44	1.44
55	7.17	5.06	4.20	3.72	3.41	3.18	3.02	2.88	2.78	2.70	2.62	2.56	2.46	2.39	2.36	2.18	2.10	2.00	1.94	1.88	1.82	1.78	1.71	1.66	1.64
60	4.02	3.17	2.78	2.64	2.38	2.27	2.18	2.11	2.06	2.00	1.97	1.92	1.88	1.83	1.78	1.72	1.67	1.61	1.58	1.52	1.50	1.46	1.43	1.41	1.39
65	7.12	5.01	4.16	3.68	3.37	3.15	2.98	2.85	2.75	2.66	2.60	2.53	2.43	2.35	2.28	2.15	2.06	1.96	1.90	1.82	1.78	1.71	1.66	1.64	1.64
70	4.00	3.15	2.76	2.62	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.95	1.92	1.86	1.81	1.75	1.70	1.65	1.59	1.56	1.50	1.48	1.44	1.41	1.39	1.39
75	7.08	4.98	4.13	3.65	3.34	3.12	2.95	2.82	2.72	2.63	2.56	2.50	2.40	2.32	2.20	2.12	2.03	1.93	1.87	1.79	1.74	1.68	1.63	1.60	1.60
80	3.99	3.14	2.75	2.61	2.36	2.24	2.15	2.08	2.02	1.98	1.94	1.90	1.85	1.80	1.73	1.68	1.63	1.57	1.54	1.48	1.46	1.42	1.39	1.37	1.37
85	7.04	4.95	4.10	3.62	3.31	3.09	2.92	2.79	2.70	2.61	2.54	2.47	2.37	2.30	2.18	2.09	2.00	1.90	1.84	1.78	1.71	1.64	1.60	1.58	1.58
90	3.98	3.13	2.74	2.60	2.35	2.23	2.14	2.07	2.01	1.97	1.93	1.89	1.84	1.79	1.72	1.67	1.62	1.56	1.53	1.47	1.45	1.41	1.37	1.35	1.35
95	7.01	4.92	4.08	3.60	3.29	3.07	2.91	2.77	2.67	2.59	2.51	2.45	2.35	2.28	2.15	2.07	1.98	1.88	1.82	1.74	1.69	1.62	1.58	1.56	1.56
100	3.96	3.11	2.72	2.58	2.33	2.21	2.12	2.05	1.99	1.95	1.91	1.88	1.82	1.77	1.70	1.65	1.60	1.54	1.51	1.45	1.42	1.38	1.35	1.33	1.33
105	6.96	4.88	4.04	3.56	3.25	3.04	2.87	2.74	2.64	2.56	2.48	2.41	2.31	2.24	2.11	2.03	1.94	1.84	1.79	1.70	1.65	1.58	1.54	1.52	1.52
110	3.94	3.09	2.70	2.56	2.30	2.19	2.10	2.03	1.97	1.92	1.88	1.85	1.79	1.75	1.68	1.63	1.57	1.51	1.48	1.42	1.39	1.34	1.30	1.28	1.28
115	6.90	4.82	3.98	3.51	3.20	2.99	2.82	2.69	2.59	2.51	2.43	2.36	2.26	2.19	2.06	1.98	1.89	1.79	1.72	1.64	1.59	1.51	1.46	1.43	1.43
120	3.92	3.07	2.68	2.54	2.29	2.17	2.08	2.01	1.95	1.90	1.86	1.83	1.77	1.72	1.65	1.60	1.55	1.49	1.45	1.39	1.36	1.31	1.27	1.25	1.25
125	6.84	4.78	3.94	3.47	3.17	2.96	2.79	2.66	2.56	2.47	2.40	2.32	2.23	2.15	2.03	1.94	1.85	1.75	1.68	1.59	1.54	1.46	1.41	1.37	1.37
130	3.91	3.06	2.67	2.53	2.27	2.16	2.07	2.00	1.94	1.89	1.85	1.82	1.76	1.71	1.64	1.59	1.54	1.47	1.44	1.37	1.34	1.29	1.25	1.22	1.22
135	6.81	4.75	3.91	3.44	3.14	2.92	2.76	2.63	2.53	2.44	2.37	2.30	2.20	2.12	2.00	1.91	1.82	1.72	1.66	1.58	1.52	1.43	1.37	1.33	1.33
140	3.89	3.04	2.65	2.51	2.25	2.14	2.05	1.98	1.92	1.87	1.83	1.80	1.74	1.69	1.62	1.57	1.52	1.45	1.42	1.35	1.32	1.26	1.22	1.19	1.19
145	6.76	4.71	3.88	3.41	3.11	2.90	2.75	2.60	2.50	2.41	2.34	2.26	2.17	2.09	1.97	1.88	1.79	1.69	1.62	1.53	1.48	1.39	1.33	1.29	1.29
150	3.88	3.02	2.63	2.49	2.23	2.12	2.03	1.96	1.90	1.85	1.81	1.78	1.72	1.67	1.60	1.54	1.49	1.42	1.38	1.32	1.28	1.22	1.16	1.13	1.13
155	6.70	4.66	3.82	3.35	3.05	2.85	2.69	2.55	2.45	2.37	2.29	2.21	2.12	2.04	1.92	1.84	1.74	1.64	1.57	1.47	1.42	1.33	1.24	1.19	1.19
160	3.86	3.00	2.61	2.47	2.21	2.10	2.02	1.95	1.89	1.84	1.80	1.76	1.70	1.65	1.58	1.53	1.47	1.41	1.36	1.30	1.26	1.19	1.13	1.08	1.08
165	6.68	4.62	3.80	3.33	3.04	2.82	2.66	2.52	2.42	2.34	2.26	2.20	2.09	2.01	1.89	1.81	1.71	1.61	1.54	1.44	1.38	1.29	1.19	1.11	1.11
170	3.84	2.99	2.60	2.47	2.21	2.09	2.01	1.94	1.88	1.83	1.79	1.75	1.69	1.64	1.57	1.52	1.46	1.40	1.35	1.28	1.24	1.17	1.11	1.06	1.06
175	6.64	4.60	3.78	3.31	3.02	2.80	2.64	2.51	2.41	2.32	2.24	2.16	2.07	1.99	1.87	1.79	1.69	1.59	1.52	1.41	1.36	1.25	1.16	1.08	1.08

Sumber: *Metoda Statistika*, DR. Sudjana, M.A., M.Sc., Penerbit Tarjo Bandung 1975.

DAFTAR E

Nilai Rentang Student untuk $\alpha = 0,05$

D	P																			
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
1	18.0	26,7	32,8	37,2	40,8	43,1	45,4	47,3	49,1	50,6	51,9	53,2	54,3	55,4	56,3	57,2	58,0	58,8	59,6	
2	6.09	8.28	9.80	10.89	11.73	12.43	13.03	13.54	13.99	14.39	14.75	15.08	15.38	15.65	15.91	16.14	16.36	16.57	16.77	
3	4.50	6.68	8.03	9.14	9.64	10.04	10.47	10.85	11.18	11.48	11.75	12.00	12.23	12.44	12.63	12.80	12.96	13.11	13.24	
4	3.93	5.00	5.76	6.31	6.73	7.06	7.35	7.60	7.83	8.03	8.21	8.37	8.52	8.67	8.80	8.92	9.03	9.14	9.24	
5	3.61	4.54	5.18	5.64	5.99	6.28	6.52	6.74	6.93	7.10	7.25	7.39	7.52	7.64	7.75	7.86	7.96	8.05	8.14	
6	3.46	4.34	4.90	5.31	5.63	5.89	6.12	6.32	6.49	6.65	6.79	6.92	7.04	7.14	7.24	7.34	7.43	7.51	7.59	
7	3.34	4.16	4.68	5.06	5.30	5.59	5.80	5.99	6.15	6.29	6.42	6.54	6.66	6.75	6.84	6.92	7.01	7.08	7.15	
8	3.25	4.04	4.53	4.89	5.11	5.40	5.60	5.77	5.92	6.05	6.18	6.29	6.39	6.48	6.57	6.65	6.73	6.80	6.87	
9	3.20	3.95	4.42	4.78	5.02	5.24	5.43	5.60	5.74	5.87	5.98	6.09	6.19	6.28	6.36	6.44	6.51	6.58	6.65	
10	3.15	3.88	4.33	4.66	4.91	5.12	5.30	5.48	5.60	5.72	5.83	5.93	6.03	6.12	6.20	6.27	6.34	6.41	6.47	
11	3.11	3.82	4.28	4.58	4.82	5.03	5.20	5.36	5.49	5.61	5.71	5.81	5.90	5.98	6.06	6.14	6.20	6.27	6.33	
12	3.08	3.77	4.20	4.51	4.75	4.95	5.12	5.27	5.40	5.51	5.61	5.71	5.80	5.88	5.95	6.02	6.09	6.15	6.21	
13	3.06	3.75	4.16	4.46	4.69	4.88	5.05	5.19	5.32	5.43	5.53	5.62	5.71	5.79	5.86	5.93	6.00	6.06	6.11	
14	3.03	3.70	4.11	4.41	4.64	4.83	4.99	5.13	5.25	5.36	5.46	5.56	5.64	5.72	5.79	5.86	5.92	5.98	6.03	
15	3.01	3.67	4.08	4.37	4.60	4.78	4.94	5.08	5.20	5.31	5.40	5.49	5.57	5.65	5.72	5.79	5.85	5.91	5.96	
16	3.00	3.65	4.06	4.34	4.56	4.74	4.90	5.03	5.15	5.26	5.35	5.44	5.52	5.59	5.66	5.73	5.79	5.84	5.90	
17	2.98	3.62	4.02	4.31	4.52	4.70	4.86	4.99	5.11	5.21	5.31	5.39	5.47	5.55	5.61	5.68	5.74	5.79	5.84	
18	2.97	3.61	4.00	4.28	4.49	4.67	4.83	4.96	5.07	5.17	5.27	5.35	5.43	5.50	5.57	5.63	5.69	5.74	5.79	
19	2.96	3.59	3.98	4.26	4.47	4.64	4.79	4.92	5.04	5.14	5.23	5.32	5.39	5.46	5.53	5.59	5.65	5.70	5.75	
20	2.95	3.58	3.96	4.24	4.45	4.62	4.77	4.90	5.01	5.11	5.20	5.28	5.36	5.43	5.50	5.56	5.61	5.66	5.71	
24	2.92	3.55	3.90	4.17	4.37	4.54	4.68	4.81	4.92	5.01	5.10	5.18	5.25	5.32	5.38	5.44	5.50	5.55	5.59	
30	2.89	3.48	3.84	4.11	4.30	4.46	4.60	4.72	4.83	4.92	5.00	5.08	5.15	5.21	5.27	5.32	5.38	5.43	5.48	
40	2.88	3.44	3.79	4.04	4.23	4.39	4.52	4.63	4.74	4.82	4.90	4.98	5.05	5.11	5.17	5.22	5.27	5.32	5.38	
60	2.83	3.40	3.74	3.98	4.16	4.31	4.44	4.55	4.66	4.73	4.81	4.88	4.94	5.00	5.06	5.11	5.15	5.20	5.24	
120	2.80	3.36	3.69	3.92	4.10	4.24	4.38	4.47	4.56	4.64	4.71	4.78	4.84	4.90	4.96	5.00	5.04	5.09	5.13	
∞	2.77	3.32	3.63	3.86	4.03	4.17	4.29	4.39	4.47	4.55	4.62	4.69	4.74	4.80	4.84	4.89	4.93	4.97	5.01	

Sumber: *Fundamental Concepts in the Design of Experiments*, Hicks, C.R., Holl, Elmhart and Winston, New York, 1973.

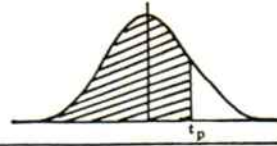
L - 2. Daftar tabel distribusi t

DAFTAR B

Nilai Persentil Untuk Distribusi t

U = dk

(Bilangan Dalam Badan Daftar Menyatakan t_p)



U	$t_{0,995}$	$t_{0,99}$	$t_{0,975}$	$t_{0,95}$	$t_{0,90}$	$t_{0,80}$	$t_{0,75}$	$t_{0,70}$	$t_{0,60}$	$t_{0,55}$
1	63,66	31,82	12,71	6,31	3,08	1,376	1,000	0,727	0,325	0,158
2	9,92	6,96	4,30	2,92	1,89	1,061	0,816	0,617	0,289	0,142
3	5,84	4,54	3,18	2,35	1,64	0,978	0,765	0,584	0,277	0,137
4	4,60	3,75	2,78	2,13	1,53	0,941	0,741	0,569	0,271	0,134
5	4,03	3,36	2,57	2,02	1,48	0,920	0,727	0,559	0,267	0,132
6	3,71	3,14	2,45	1,94	1,44	0,906	0,718	0,553	0,265	0,131
7	3,50	3,00	2,36	1,90	1,42	0,896	0,711	0,549	0,263	0,130
8	3,36	2,90	2,31	1,86	1,40	0,889	0,706	0,546	0,262	0,130
9	3,25	2,82	2,26	1,83	1,38	0,883	0,703	0,543	0,261	0,129
10	3,17	2,76	2,23	1,81	1,37	0,879	0,700	0,542	0,260	0,129
11	3,11	2,72	2,20	1,80	1,36	0,876	0,697	0,540	0,260	0,129
12	3,06	2,68	2,18	1,78	1,36	0,873	0,695	0,539	0,259	0,128
13	3,01	2,65	2,16	1,77	1,35	0,870	0,694	0,538	0,259	0,128
14	2,98	2,62	2,14	1,76	1,34	0,868	0,692	0,537	0,258	0,128
15	2,95	2,60	2,13	1,75	1,34	0,866	0,691	0,536	0,258	0,128
16	2,92	2,58	2,12	1,75	1,34	0,865	0,690	0,535	0,258	0,128
17	2,90	2,57	2,11	1,74	1,33	0,863	0,689	0,534	0,257	0,128
18	2,88	2,55	2,10	1,73	1,33	0,862	0,688	0,534	0,257	0,127
19	2,86	2,54	2,09	1,73	1,33	0,861	0,688	0,533	0,257	0,127
20	2,84	2,53	2,09	1,72	1,32	0,860	0,687	0,533	0,257	0,127
21	2,83	2,52	2,08	1,72	1,32	0,859	0,686	0,532	0,257	0,127
22	2,82	2,51	2,07	1,72	1,32	0,858	0,686	0,532	0,256	0,127
23	2,81	2,50	2,07	1,71	1,32	0,858	0,685	0,532	0,256	0,127
24	2,80	2,49	2,06	1,71	1,32	0,857	0,685	0,531	0,256	0,127
25	2,79	2,48	2,06	1,71	1,32	0,856	0,684	0,531	0,256	0,127
26	2,78	2,48	2,06	1,71	1,32	0,856	0,684	0,531	0,256	0,127
27	2,77	2,47	2,05	1,70	1,31	0,855	0,684	0,531	0,256	0,127
28	2,76	2,47	2,05	1,70	1,31	0,855	0,683	0,530	0,256	0,127
29	2,76	2,46	2,04	1,70	1,31	0,854	0,683	0,530	0,256	0,127
30	2,75	2,46	2,04	1,70	1,31	0,854	0,683	0,530	0,256	0,127
40	2,70	2,42	2,02	1,68	1,30	0,851	0,681	0,529	0,255	0,126
60	2,66	2,39	2,00	1,67	1,30	0,848	0,679	0,527	0,254	0,126
120	2,62	2,36	1,98	1,66	1,29	0,845	0,677	0,526	0,254	0,126
∞	2,58	2,33	1,96	1,645	1,28	0,842	0,674	0,524	0,253	0,126

Sumber: *Metoda Statistika*, DR. Sudjana, M.A., M.Sc., Penerbit Tarsito Bandung, 1975.

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA