



**ADSORPSI KALSIMUM DAN MAGNESIUM DALAM LIMBAH
AIR TAMBAK GARAM MENGGUNAKAN BENTONIT
TERAKTIVASI ASAM SULFAT**

SKRIPSI

Oleh
Maya Esti Amiliya
NIM 131810301030

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**ADSORPSI KALSIMUM DAN MAGNESIUM DALAM AIR
LIMBAH TAMBAK GARAM MENGGUNAKAN BENTONIT
TERAKTIVASI ASAM SULFAT**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh
Maya Esti Amiliya
NIM 131810301030

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. kedua orang tua tercinta, ayahanda Ismail Bakri dan Ibunda Buyati. Terima kasih atas segala usaha dan kerja keras yang dilakukan sehingga saya dapat menempuh jenjang pendidikan ini. Terima kasih karena senantiasa mencurahkan kasih sayang, motivasi, do'a dan nasehat yang tiada akhir,
2. kedua saudaraku, Cinta Bela Auliya dan Tisyia Mutia Sari yang senantiasa memberikan semangat serta mendoakanku,
3. keluarga besar yang senantiasa membantuku, mendoakan dan memberikan semangat,
4. ustadz dan ustadzah ku di MI Islamiyah Wongsorejo, SMPN 1 Wongsorejo, SMA Negeri 1 Giri yang telah membagikan ilmu dan memberikan bimbingan dengan penuh kesabaran;
5. seluruh dosen, staff, dan karyawan jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah membantu dan memberikan dukungan selama pengerjaan skripsi ini;
6. keluargaku di perantauan TITANIUM yang selalu memberikan motivasi dan keluarga tempat saling berbagi suka dan duka, berjuang, berbagi pengalaman, terima kasih atas semangat, doa, dan bantuan sejak awal bertemu;
7. teman-teman di Laboratorium: Deys, Umi, Isti, Riska, Anis, Anggita, Farida, Vikri, Hilda, Anisa, Evan, Richard, Ilham, Adit, Hisyam, Ira, Khusnul, Widya, Ijul, Ifa, Citra. Teknisi: Mas Yusril, Pak Dulkholim, Pak Darma, Mbak Sari, Pak Jimmy, dan Pak Akir, terimakasih telah sangat membantu baik waktu, pikiran, maupun tenaga ketika penelitian ini dilakukan;
8. sahabatku mas Nanang Sugiarto, Diah, Inay, Berta, Nursiah, Lilis, Vira, Nidya, mbak Lisa, mbak Fajrin, mbak Kania, dan keluargaku di wisma Pervokma mbak Shella, Ismi, Nuril, Tutus, Nia, Giantri, Okta, Nurul, Khusnul, Rela, Lilik, dan Bena, terima kasih telah menemani dan menjadi keluargaku di Jember serta atas doa, bantuan dan motivasi yang diberikan selama menempuh jenjang pendidikan S1

MOTTO

Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan
(terjemahan Surat Al-Insyirah ayat 6-7)^{*)}

Laa Tahzan Innallaha Ma'anaa
Janganlah kamu bersedih hati. Sesungguhnya Allah ada bersama kita
(terjemahan potongan Surat At-Taubah ayat 40)^{**)}

^{*)} Kementerian Agama RI. 2007. *Al-Qur'an dan Terjemahnya dilengkapi dengan Kajian Usul Fiqih dan Intisari Ayat*. Bandung: PT. Sygma Examedia Arkanleema.

^{**)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. *Al-Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Pustaka Agung Harapan.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Maya Esti Amiliya

NIM : 131810301030,

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: “Adsorpsi Kalsium dan Magnesium dalam Air Limbah Tambak Garam Menggunakan Bentonit Teraktivasi Asam Sulfat” adalah benar-benar hasil karya sendiri, belum pernah diajukan pada institusi manapun, dan bukan karya jiplakan, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sebelumnya. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 24 Januari 2019

Yang menyatakan,

Maya Esti Amiliya

NIM 131810301030

SKRIPSI

**ADSORPSI KALSIUM DAN MAGNESIUM DALAM AIR
LIMBAH TAMBK GARAM MENGGUNAKAN BENTONIT
TERAKTIVASI ASAM SULFAT**

Oleh

Maya Esti Amiliya
NIM 131810301030

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : drh. Wuryanti Handayani, M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Asnawati, S.Si., M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Adsorpsi Kalsium dan Magnesium dalam Air Limbah Tambak Garam Menggunakan Bentonit Teraktivasi Asam Sulfat” karya Maya Esti Amiliya telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

drh. Wuryanti Handayani, M.Si
NIP. 196008221985032002

Asnawati, S.Si., M.Si
NIP. 196808141999032001

Anggota II,

Anggota III,

Suardiyanto, S.Si., M.Si, Ph.D
NIP. 197501191998021001

Dwi Indarti, S.Si., M.Si
NIP. 197409012000032004

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Drs. Sujito, Ph.D
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Adsorpsi Kalsium dan Magnesium dalam Air Limbah Tambak Garam Menggunakan Bentonit Teraktivasi Asam Sulfat; Maya Esti Amiliya, 131810301030; 2019; 52 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Limbah air tambak garam atau air *bittern* mengandung beragam makro mineral penting bagi tubuh seperti kalsium (Ca), magnesium (Mg), natrium (Na), kalium (K). Kandungan makro mineral dalam air *bittern* PT. Garam Sumenep Madura sebesar 51,54 mg/L Mg, 103,15 mg/L Ca, 46,17 mg/L Na, 14,49 mg/L K (Sudibyo dan Susanti, 2011). Ca dan Mg merupakan dua jenis makro mineral paling banyak di dalam air *bittern*. Ca dan Mg jika dikonsumsi melebihi ambang batas akan berdampak negatif seperti hiperkalsemia (kadar kalsium tinggi) dan hipermagnesemia (kadar magnesium tinggi) (Gaw *et al.*, 2011). Kadar Ca dan Mg maksimum yang diperkenankan dalam air minum adalah 75 mg/L dan 50 mg/L (Effendi, 2003). Akibat negatif yang ditimbulkan dari komposisi Ca dan Mg berlebih dalam air *bittern*, maka diperlukan metode yang efektif untuk mengurangi kandungan Ca dan Mg agar air *bittern* dapat dikonsumsi.

Beragam cara untuk menurunkan kadar Ca dan Mg diantaranya melalui penukar ion (*ion exchange*), elektrodialisis, dan adsorpsi. Metode adsorpsi merupakan salah satu metode yang efektif untuk mengurangi kadar Ca dan Mg dalam air *bittern* karena pengerjaannya mudah dalam berbagai aplikasi (AM *et al.*, 2014), dan biaya operasionalnya lebih ekonomis dalam skala industri (Worch, 2012). Adsorpsi merupakan proses terakumulasinya adsorbat ke permukaan adsorben (Atkins dan Paula, 2010). Karbon aktif, batu apung, dan bentonit merupakan jenis adsorben yang banyak digunakan dalam proses adsorpsi. Ketersediaan yang melimpah di alam dan kapasitas adsorpsi yang tinggi mendukung bentonit dipilih sebagai adsorben dalam mengadsorpsi Ca dan Mg dalam air *bittern*. Jenis bentonit yang digunakan dalam proses adsorpsi adalah bentonit teknis Indonesia. Daya serap bentonit dapat ditingkatkan melalui aktivasi secara fisika dan kimia. Aktivasi fisika melalui kalsinasi pada suhu 300°C selama

24 jam, sedangkan aktivasi kimia dengan perlakuan asam sulfat 2M melalui proses refluks pada suhu 98 °C selama 5 jam. Bentonit teraktivasi dikarakterisasi dengan XRF S2 Ranger untuk mengetahui perubahan komposisi kimia dalam bentonit yang dapat meningkatkan volume pori, luas permukaan, kapasitas adsorpsi. Aktivasi bentonit menyebabkan perubahan komposisi SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂ dari 53,20%; 13,44%; 20,80%; 2,23% menjadi 72,55%; 10,58; 8,68%; 2,28%. Jumlah SiO₂ yang meningkat mengindikasikan jumlah SiOH dipermukaan adsorben semakin banyak dan berperan penting dalam proses adsorpsi.

Proses adsorpsi Ca dan Mg dikondisikan dengan variasi pH dari 2 sampai 6 dengan waktu kontak 20 menit untuk memperoleh pH optimum, kemudian dilanjutkan adsorpsi dengan variasi waktu kontak dari 10 sampai 50 menit untuk memperoleh waktu kontak optimum. Air *bittern* sisa setelah adsorpsi dianalisis dengan SSA-6300 (spektroskopi serapan atom) merk SHIMADZU. Selisih massa Ca dan Mg mula-mula dan sisa menunjukkan jumlah Ca dan Mg teradsorpsi, kemudian dinyatakan dalam persentase adsorpsi Ca dan Mg. pH optimum dicapai setelah air *bittern* dikondisikan pada pH 5 untuk adsorpsi Ca dan pH 4 untuk adsorpsi Mg dengan persentase masing-masing 97,211% dan 71,222%. Waktu kontak optimum dicapai ketika proses adsorpsi dilakukan selama 50 menit untuk adsorpsi Ca dan 30 menit untuk adsorpsi Mg dengan persentase adsorpsi masing-masing 97,479% dan 82,995%.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT. atas segala rahmat, hidayah dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul “Adsorpsi Kalsium dan Magnesium dalam Air Limbah Tambak Garam Menggunakan Bentonit Teraktivasi Asam Sulfat”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. drh. Wuryanti Handayani, M.Si dan Asnawati, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing serta Suwardiyanto, S.Si., M.Si, Ph.D dan Dwi Indarti, S.Si, M.Si selaku Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran serta memberikan nasehat, motivasi, bimbingan, koreksi dan saran dalam penulisan skripsi ini;
4. Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si dan Dwi Indarti, S.Si, M.Si selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
5. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Januari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN SAMPUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Limbah Air Tambak Garam (Air <i>Bittern</i>)	6
2.2 Kalsium	7
2.3 Magnesium	8
2.4 Bentonit	9
2.4.1 Sifat Fisik Bentonit	9
2.4.2 Asal Muatan Negatif <i>Montmorillonite</i>	11
2.4.3 Jenis Bentonit	12
2.5 Aktivasi Bentonit	13
2.6.1 Aktivasi Fisika	13
2.6.2 Aktivasi Kimia	15
2.6 Adsorpsi	16
2.6.1 Adsorpsi Kalsium dan Magnesium Oleh Bentonit	
Teraktivasi Asam	17
2.6.2 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi	19
a. pH	20

b. Waktu Kontak.....	20
c. Massa Adsorben.....	20
d. Temperatur.....	20
e. Kecepatan Pengadukan.....	20
2.7 X-Ray Florescence (XRF)	21
2.8 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	22
BAB 3. METODE PENELITIAN	24
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat.....	24
3.2.2 Bahan	24
3.3 Diagram Alir Penelitian	25
3.4 Prosedur Penelitian	26
3.4.1 Pembuatan Larutan-larutan.....	26
a. Pembuatan Larutan Aktivator Asam Sulfat (H_2SO_4) dengan konsentrasi 2M.....	26
b. Pembuatan Larutan Induk Ca^{2+} 1000 ppm.....	26
c. Pembuatan Larutan Standar Ca^{2+}	26
d. Pembuatan Larutan Induk Mg^{2+} 1000 ppm.....	26
e. Pembuatan Larutan Standar Mg^{2+}	26
f. Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	27
g. Pembuatan Larutan buffer pH 2-6.....	27
3.4.2 Preparasi Sampel Air <i>Bittern</i>	28
3.4.3 Aktivasi Bentonit	28
a. Aktivasi Fisika dengan Proses Kalsinasi Bentonit.....	28
b. Aktivasi Kimia Bentonit dengan H_2SO_4 2M	29
3.4.4 Optimasi pH Adsorpsi Ca dan Mg dalam Air <i>Bittern</i>	30
3.4.5 Optimasi waktu kontak Adsorpsi Ca dan Mg dalam Air <i>Bittern</i>	31
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Karakteristik Bentonit Hasil Aktivasi	32
4.2 Persentase adsorpsi Ca dan Mg dalam Air <i>Bittern</i> oleh Bentonit Teraktivasi	35
4.2.1 Adsorpsi Ca dan Mg dengan Variasi pH	36
4.2.2 Adsorpsi Ca dan Mg dengan Variasi Waktu Kontak.....	40
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	53

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Mineral dalam Air Bittern.....	6
2.2 Sifat Fisik Unsur Logam Kalsium	7
2.3 Sifat Fisik Unsur Logam Magnesium	8
2.4 Kapasitas Adsorpsi Bentonit dalam Mengadsorp Beragam Jenis Adsorbat.....	11
3.1 Komponen Asam dan Basa Konjugat dari <i>Buffer</i> pH 2-6.....	27
4.1 Hasil Karakterisasi XRF Bentonit Sebelum dan Setelah Aktivasi	34

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Distribusi Spesies Ion Kalsium pada Variasi pH	8
2.2 Distribusi Spesies Ion Magnesium pada Variasi pH.....	9
2.3 Struktur <i>Montmorillonite</i>	10
2.4 Substitusi Isomorfik Lapisan Tetrahedral dan Oktahedral	12
2.5 Reaksi Aktivasi Bentonit dengan Asam.....	15
2.6 Komponen Dasar dalam Adsorpsi	17
2.7 Pertukaran Kation di Daerah Interlayer Bentonit Teraktivasi Asam	17
2.8 Skema Spektrometer XRF DX-95	21
2.9 Skema Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	22
2.10 Sumber Cahaya dalam SSA	22
3.1 Proses Aktivasi Bentonit.....	28
3.2 Proses Pemisahan secara <i>Centrifuge</i>	29
3.3 Proses Adsorpsi Ca dan Mg dalam Air <i>Bittern</i> oleh Bentonit Teraktivasi	30
4.1 Warna dan Tekstur Bentonit sebelum dan setelah Kalsinasi	32
4.2 Warna dan Tekstur Bentonit setelah Aktivasi Asam	33
4.3 Persentase Adsorpsi Ca dan Mg setiap Perubahan pH dari 2-6.....	36
4.4 Distribusi Spesies Ion Fosfat (PO_4^{3-}) pada Variasi pH.....	39
4.5 Perbedaan Warna Air <i>Bittern</i> saat Preparasi pH 3 dan pH 6	39
4.6 Prosentase Adsorpsi Ca dan Mg setiap Perubahan Waktu Kontak 10-50 Menit	41

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 3.1 Pembutan Larutan-larutan	53
Lampiran 4.1 Penentuan Persentase Massa Bentonit Hasil Kalsinasi	56
Lampiran 4.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Ca dan Mg	57
Lampiran 4.3 Penentuan Massa Ca dan Mg Mula-mula dalam Air <i>Bittern</i>	58
Lampiran 4.4 Penentuan Persentase Massa Ca dan Mg Teradsorp pada Variasi pH	59
Lampiran 4.5 Penentuan Persentase Massa Ca dan Mg Teradsorp pada Variasi Waktu Kontak.....	61
Lampiran 4.6 Hasil Karakterisasi XRF Bentonit sebelum dan setelah Aktivasi	62

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah air tambak garam dikenal dengan sebutan air *bittern*. Limbah air tambak garam banyak mengandung mineral seperti kalsium (Ca), magnesium (Mg), natrium (Na), kalium (K) yang penting bagi tubuh. Kandungan mineral makro dalam air *bittern* PT. Garam Sumenep Madura sebesar 51,54 mg/L Mg, 103,15 mg/L Ca, 46,17 mg/L Na, 14,49 mg/L K (Sudibyo dan Susanti, 2011). Ca dan Mg jumlahnya lebih banyak diantara kation lainnya dalam air *bittern*. Ca dan Mg jika dikonsumsi melebihi ambang batas akan berdampak negatif seperti hiperkalsemia (kadar kalsium tinggi) dan hipermagnesemia (kadar magnesium tinggi) (Gaw *et al.*, 2011). Kadar Ca dan Mg maksimum yang diperkenankan dalam air minum adalah 75 mg/L dan 50 mg/L. Dengan demikian air *bittern* dapat digunakan jika kandungan Ca dan Mg diturunkan sehubungan dengan efek negatif yang ditimbulkan (Effendi, 2003).

Beragam cara untuk menurunkan kadar Ca dan Mg diantaranya melalui penukar ion (*ion exchange*) (Pujiastuti, 2008), elektrodialisis (Kabay *et al.*, 2002), adsorpsi menggunakan karbon aktif (Rolence *et al.*, 2014), batu apung (Sepehr *et al.*, 2013), dan bentonit (Kadir *et al.*, 2016). Adsorpsi merupakan metoda yang sederhana, efektif, pengerjaannya mudah dalam berbagai aplikasi (AM *et al.*, 2014), dan efisien karena biaya operasionalnya lebih ekonomis dalam skala industri (Worch, 2012).

Bentonit merupakan salah satu jenis *clay mineral* kelompok *smektit* yang berpotensi sebagai adsorben alternatif karena bentonit lebih unggul dari kaolin dan batu apung. Bentonit membutuhkan waktu lebih singkat untuk menghilangkan Ca dan Mg (Kadir *et al.*, 2016). Bentonit merupakan adsorben yang lebih baik dari kaolin dalam mengadsorpsi Zn^{2+} . Hal ini ditandai dengan nilai kapasitas adsorpsi bentonit yang lebih tinggi dibanding adsorben kaolin. Kapasitas adsorpsi bentonit dan kaolit terhadap ion Zn^{2+} adalah 62,5 mg/g dan 56,49 mg/g (Sen dan Khoo, 2013). Berdasarkan kapasitas adsorpsi yang tinggi, sehingga bentonit

dipilih sebagai adsorben dalam mengadsorp Ca dan Mg dalam air *bittern* untuk menurunkan kadarnya.

Daya serap bentonit ditentukan oleh luas permukaan yang tinggi (Christidis *et al.*, 1997). Kondisi tersebut ditingkatkan dengan proses aktivasi secara fisika melalui pemanasan (kalsinasi) maupun secara kimia dengan penambahan larutan kimia. Menurut Lestari (2015) aktivasi fisika bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori bentonit. Aktivasi kimia menggunakan asam bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan, porositas, dan keasaman Bronsted pada *clay* karena kation pengotor dalam material bentonit seperti Na^+ , Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} akan digantikan oleh ion H^+ (Gates *et al.*, 2002). Beragam jenis aktivator seperti HCl, H_2SO_4 , HNO_3 , asam asetat, oksalat, dan laktat, tetapi yang paling banyak digunakan sebagai aktivator adalah HCl dan H_2SO_4 karena menghasilkan luas permukaan spesifik, porositas, dan kapasitas adsorpsi yang baik (Hussin *et al.*, 2011).

Aktivasi menggunakan H_2SO_4 lebih efektif dibanding aktivasi menggunakan HCl untuk mengubah sifat fisikokimia dari adsorben bentonit (Moradi *et al.*, 2015). Perbandingan adsorpsi Pb dan Zn pada konsentrasi larutan ionik 500 mgL^{-1} oleh bentonit teraktivasi H_2SO_4 dan HCl sekitar 490 mgL^{-1} (98%) dan 275 mgL^{-1} (55%) (Rezapour *et al.*, 2014). Aktivasi Ca-Bentonit pada konsentrasi aktivator H_2SO_4 2M memiliki luas permukaan maksimum senilai $240,9 \text{ m}^2/\text{g}$. Luas permukaan menurun pada konsentrasi aktivator 3M dan 4M (Yildiz *et al.*, 2004). Aktivasi bentonit dengan konsentrasi aktivator $\text{H}_2\text{SO}_4 > 2\text{M}$ menyebabkan keasaman permukaan lebih kecil akibat perubahan struktur mineral pada lapisan oktahedral. Al, Mg, dan Fe akan larut menjadi Al^{3+} , Mg^{2+} , dan Fe^{3+} sehingga merusak struktur montmorillonit (Sahara, 2011).

Bentonit teraktivasi dikarakterisasi komposisi kimianya melalui *X-ray Florescence* (XRF). Tujuan karakterisasi adalah untuk melihat perbedaan komposisi kimia bentonit sebelum dan setelah aktivasi. Data hasil karakterisasi XRF dapat menjelaskan pengaruh aktivasi bentonit terhadap komposisi kimia bentonit dan efeknya terhadap adsorpsi Ca dan Mg dalam air *bittern*.

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor-faktor seperti ukuran partikel, luas permukaan adsorben, waktu kontak, dan pH (Lestari, 2015). Semakin kecil ukuran partikel adsorben dapat meningkatkan luas permukaan sehingga kemampuan adsorpsi meningkat. Kemampuan penyerapan larutan Mg mencapai 69% dengan ukuran partikel adsorben $<100 \mu\text{m}$ (>140 mesh) (Shahmirzadi *et al.*, 2016). pH mempengaruhi proses adsorpsi karena kelarutan ion logam dari adsorbat dan muatan permukaan adsorben dipengaruhi oleh pH (Rizky, 2015). Kenaikan pH menyebabkan deprotonasi gugus hidroksil ($\equiv\text{SOH}$) dari permukaan lempung sehingga membentuk muatan negatif ($\equiv\text{SO}^-$) yang dapat berinteraksi dengan kation, sebaliknya permukaan lempung akan terprotonasi membentuk kompleks berair ($\equiv\text{SOH}_2^+$) dalam medium asam yang menyebabkan adanya tolakan muatan antara permukaan lempung dengan kation (Xu *et al.*, 2008). Waktu kontak mempengaruhi hasil adsorpsi karena interaksi adsorbat dengan permukaan adsorben meningkat dengan waktu kontak yang lama. Waktu kontak optimum diperoleh saat adsorbat yang teradsorpsi paling banyak. Interaksi antara adsorbat dan adsorben melebihi waktu kontak optimum menyebabkan terjadinya desorpsi (Fatmawati *et al.*, 2015).

Interaksi adsorbat dengan permukaan adsorben dapat optimal ketika proses adsorpsi dilakukan dengan sistem *batch*. Proses ini dilakukan dengan meletakkan adsorben dalam larutan adsorbat pada volume tetap. Proses ini memiliki efektivitas yang tinggi karena dapat menyerap hingga konsentrasi rendah 1 mg/L (Lestari, 2015).

Berdasarkan faktor pengaruh adsorpsi tersebut dilakukan penelitian adsorpsi Ca dan Mg dalam limbah air tambak garam menggunakan bentonit teraktivasi asam H_2SO_4 2M. Proses adsorpsi dilakukan dengan variasi pH dan waktu kontak untuk menghasilkan kondisi optimum. Kalsium dan magnesium sebelum dan setelah adsorpsi dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA). Selisih hasil analisis Ca dan Mg sebelum dan setelah adsorpsi menunjukkan jumlah Ca dan Mg yang teradsorpsi. Hasil analisis dinyatakan sebagai persentase adsorpsi.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini diantaranya sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh aktivasi bentonit terhadap komposisi kimia bentonit?
2. Bagaimana pengaruh variasi pH air *bittern* terhadap adsorpsi Ca dan Mg oleh bentonit teraktivasi?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu kontak terhadap adsorpsi Ca dan Mg oleh bentonit teraktivasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh aktivasi bentonit terhadap komposisi kimia bentonit
2. Mengetahui pengaruh variasi pH air *bittern* terhadap adsorpsi Ca dan Mg oleh bentonit teraktivasi
3. Mengetahui pengaruh variasi waktu kontak terhadap adsorpsi Ca dan Mg oleh bentonit teraktivasi

1.4 Batasan Masalah

Berikut ini beberapa hal yang menjadi batasan masalah dalam penelitian:

1. Sampel air *bittern* diambil dari tambak garam Pangarengan, Sampang, Madura pada musim kemarau
2. Adsorben bentonit yang digunakan adalah bentonit teknis Indonesia berukuran >200 mesh
3. Perbandingan jumlah adsorben dan aktivator asam sulfat 2M adalah 1g:10 mL
4. Jumlah adsorben dalam proses adsorpsi adalah 1g dalam \pm 25 mL air *bittern* dan *buffer*
5. Proses adsorpsi dilakukan dengan sistem *batch*

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan informasi daya serap adsorben bentonit teraktivasi terhadap Ca dan Mg dalam air *bittern* pada kondisi pH dan waktu kontak optimum.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Air Tambak Garam (Air *Bittern*)

Air *bittern* kurang dimanfaatkan dan biasanya dibuang ke laut. Air *bittern* berasa pahit dan banyak mengandung mineral penting bagi tubuh. Menurut Santosa (2014) air *bittern* merupakan air sisa proses kristalisasi garam yang banyak mengandung Mg sehingga berasa pahit. Proses kristalisasi garam akan selesai jika konsentrasi air *bittern* mencapai 25-29°Be dan air sisanya akan dibuang jika $\geq 29^\circ\text{Be}$ (*Beume*). Kristal garam sebanyak 70% dengan kemurnian 98% dicapai pada konsentrasi air *bittern* 25-29°Be. Jika konsentrasi air *bittern* kurang dari 25°Be, maka akan banyak kalsium sulfat yang mengendap. Jika konsentrasi air *bittern* lebih dari 29°Be, maka banyak magnesium yang mengendap. Pemisahan air *bittern* dengan kristal garam hasil proses kristalisasi bertujuan untuk mengurangi kadar Mg dalam garam. Hal ini akan mempengaruhi kemurnian garam yang diperoleh. Menurut Sudiby dan Susanti (2011) air *bittern* tambak garam madura dan NTB (Nusa Tenggara Barat) memiliki sifat dan komposisi mineral utama seperti pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi mineral dalam air *bittern*

Parameter	Satuan	Air <i>bittern</i> PT garam Sumenep (Madura)	Air <i>bittern</i> perusahaan garam rakyat (NTB)
pH	-	7,08	8,69
Magnesium (Mg)	mg.L ⁻¹	51,54	30,54
Kalsium (Ca)	mg.L ⁻¹	103,15	180,01
Natrium (Na)	mg.L ⁻¹	46,17	69,53
Kalium (K)	mg.L ⁻¹	14,49	7,78
Khlor (Cl)	mg.L ⁻¹	69,40	70,01
Sulfat (SO ₄)	mg.L ⁻¹	<0,59	<0,59
Posfat (PO ₄)	mg.L ⁻¹	0,04	0,04
Besi (Fe)	mg.L ⁻¹	<0,027	<0,027
Mangan (Mn)	mg.L ⁻¹	0,29	0,47
Tembaga (Cu)	mg.L ⁻¹	0,063	0,012
Boron (B)	mg.L ⁻¹	87,28	51,50
Kadmium (Cd)	mg.L ⁻¹	0,083	0,002
Timbal (Pb)	mg.L ⁻¹	0,297	0,022

(Sumber: Sudiby dan Susanti, 2011)

2.2 Kalsium

Kalsium merupakan unsur logam dengan rumus kimia Ca. Kalsium dapat membentuk kation Ca^{2+} dalam larutan. Garam kalsium berupa serbuk berwarna putih dan larutannya tidak berwarna. Kalsium klorida merupakan salah satu contoh garam kalsium yang bersifat higroskopis (Svehla, 1979). Sifat fisik dari kalsium dapat dilihat pada tabel 2.2.

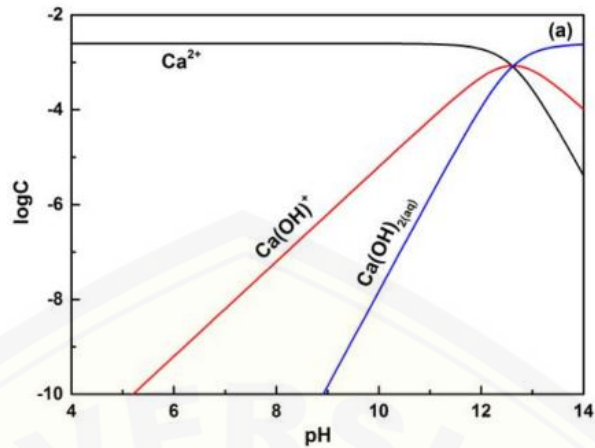
Tabel 2.2 Sifat Fisik unsur logam kalsium

Sifat fisik	Keterangan
Wujud	Padat
Massa atom relatif / g.mol^{-1}	40,08
Densitas / g.cm^{-3} (20°C)	1,54
Titik didih / $^{\circ}\text{C}$	1487
Titik leleh / $^{\circ}\text{C}$	839
Elektronegativitas	1,0
Jari-jari atom / pm	197
Jari-jari ion Ca^{2+} / pm	114
Energi Ionisasi I / kJ.mol^{-1}	590
Energi Ionisasi II / kJ.mol^{-1}	1145
$\Delta\text{Hatomisasi}$ / kJ.mol^{-1}	177
Potensial reduksi standart / Volt	-2,87
Warna Nyala	Merah bata

(Sumber: Svehla, 1979)

Kalsium merupakan unsur terbanyak ke lima di bumi. Komponen kalsium dalam air tawar sekitar $<15 \text{ mg.L}^{-1}$, perairan sekitar batuan karbonat $30 - 100 \text{ mg.L}^{-1}$, air laut 400 mg.L^{-1} , brine 75000 mg.L^{-1} . Brine merupakan air asin yang sangat pekat dengan nilai padatan terlarut total $>36000 \text{ mg.L}^{-1}$. Kadar kalsium dalam perairan untuk air minum sebaiknya tidak lebih dari 75 mg.L^{-1} (Effendi, 2003).

Kalsium banyak ditemukan sebagai kalsium karbonat dalam gamping atau batu kapur (*limestone*). Garam-garam kalsium diantaranya CaCO_3 , CaCl_2 , CaSO_4 . Garam CaCO_3 dikenal sebagai batu kapur. CaCl_2 sangat larut dalam air dan bersifat higroskopis. Ca(OH)_2 merupakan senyawa kalsium yang tidak larut dalam air dan memiliki kelarutan $1,2 \text{ g.L}^{-1}$ (Sugiyarto dan Suyanti, 2010). Menurut Effendi (2003) kalsium bikarbonat ($\text{Ca(HCO}_3)_2$) merupakan garam kalsium yang bersifat larut dan menyebabkan kesadahan pada kisaran pH 7-9. Distribusi spesies Ion kalsium pada variasi pH dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Distribusi spesies ion kalsium pada variasi pH (Sumber: Ruan *et al.*, 2018)

2.3 Magnesium

Magnesium merupakan unsur logam dengan rumus kimia Mg dan dapat membentuk kation divalen Mg^{2+} dalam larutan. Sifat fisik dari Magnesium dapat dilihat pada tabel 2.3.

Tabel 2.3 Sifat Fisik unsur logam Magnesium

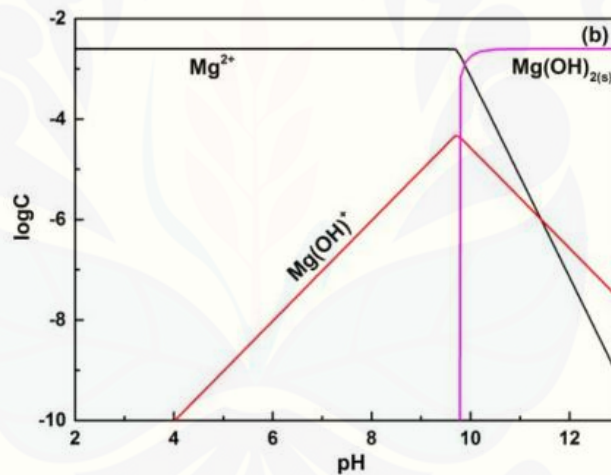
Sifat fisik	Keterangan
Wujud	Padat
Massa atom relatif / $g.mol^{-1}$	24,305
Densitas / $g.cm^{-3}$ (20°C)	1,74
Titik didih / °C	1107
Titik leleh / °C	649
Elektronegativitas	1,2
Jari-jari atom / pm	160
Jari-jari ion Mg^{2+} / pm	86
Energi Ionisasi I / $kJ.mol^{-1}$	738
Energi Ionisasi II / $kJ.mol^{-1}$	1450
Δ Hatomisasi / $kJ.mol^{-1}$	149
Potensial reduksi standart / Volt	-2,36
Warna Nyala	-

(Sumber: Svehla, 1979)

Magnesium merupakan ion ketiga paling umum dijumpai dalam air laut setelah natrium dan klorida. 1 km³ air laut mengandung ± satu juta ton magnesium (≈ 0,001 ppm) (Sugiyarto dan Suyanti, 2010). Kadar Mg dalam perairan alami

berkisar 1-100 mg/L, air laut 1000 mg/L, brine 57000 mg/L. Kadar maksimum yang diperkenankan untuk air minum adalah 50 mg/L (Effendi, 2003).

Garam magnesium berasa pahit. Garam-garam magnesium terhidrat diantaranya $\text{MgCl}_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{CO}_3)_2$, $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ merupakan beberapa contoh senyawa magnesium yang tidak larut dalam air, sedangkan garam magnesium lainnya larut (Svehla, 1979). $\text{Mg}(\text{OH})_2$ memiliki kelarutan $0,0001 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ (Sugiyarto dan Suyanti, 2010). Magnesium lebih mudah larut dibanding kalsium. $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan MgCO_3 mengendap pada $\text{pH} > 10$ (Effendi 2003). Menurut Ozkan *et al.* (2009) spesies magnesium sebagai ion bebas berada pada kisaran pH netral. Ion Mg^{2+} dan Ca^{2+} ditemukan secara bebas pada kisaran pH netral. Distribusi spesies ion magnesium dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Distribusi spesies ion magnesium pada variasi pH (Sumber: Ruan *et al.*, 2018)

2.4 Bentonit

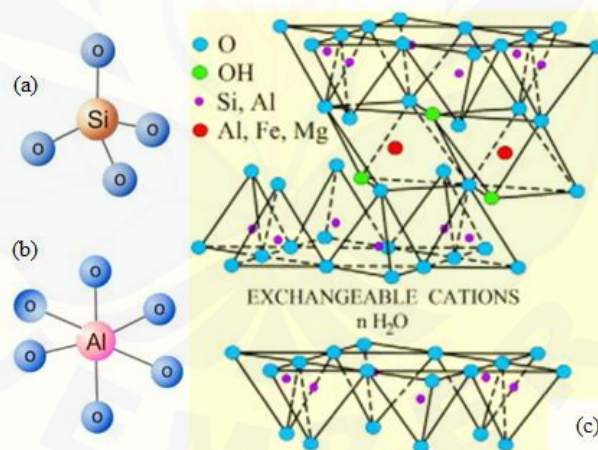
2.4.1 Sifat Fisik Bentonit

Bentonit merupakan salah satu jenis *clay mineral* yang berasal dari proses perubahan hidrotermal abu vulkanik. Bentonit memiliki mineral utama kelompok *smektit* seperti *montmorillonite*, *beidelite*, *saponite*, *nontronite*, dan *hectorite*. Bentonit sering dijumpai sebagai jenis tanah liat monomineral

(*monomineralic clays*) disertai beberapa pengotor organik dan mineral *nonclay* seperti silika polimorf (*silicas: quartz and opals*), zeolit, karbonat, sulfit, sulfida, sulfat, oksida, hidrogen (Önal, 2006).

Menurut Wild (1993) kelompok *smektit* memiliki muatan negatif senilai 72 cmol (*centimoles*) setiap 1kg *clay* pada rentang $3 < \text{pH} < 9$. Kelompok *smektit* memiliki luas permukaan $8 \times 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$, kapasitas tukar kation $1 \text{ mol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ (*moles of charge per kilogram*), dan muatan negatif bersifat permanen. $\text{mol}_c \text{ kg}^{-1}$ dan *centimoles* (0,01 mol) *of charge per kilogram* merupakan satuan untuk kapasitas tukar kation. $1 \text{ cmol}_c \text{ Kg}^{-1} = 1 \text{ meq per } 100 \text{ g}$. Luas permukaan kelompok *smektit* adalah $700\text{-}800 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ (Yuang dan Shen, 2005).

Menurut AM *et al.* (2014) *montmorillonite* merupakan mineral utama penyusun bentonit yang komposisinya SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O dan rumus kimia $\text{Si}_8(\text{AlMg})_4\text{O}_{20}(\text{OH})_4$. Komponen *montmorillonite* terdiri dari struktur lapisan 2:1 yaitu dua lembar lapisan silika tetrahedral mengapit satu lembar alumina oktahedral seperti pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur tetrahedral (a); oktahedral (b); *montmorillonite* (c)
(Sumber: Al-Ani dan Sarapää, 2008)

Menurut Lim *et al.* (2013) bentonit bersifat hidrofilik karena sangat terhidrasi oleh air sehingga daya serap air nya sangat besar. Penyerapan air oleh bentonit menyebabkan pengembangan (*swelling*) bentonit dan volumenya melebihi volume awalnya. Ca-bentonit dari Indonesia memiliki densitas kering senilai $800 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ dan densitas hidratnya $1133 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Perlakuan serbuk bentonit

dengan asam membuat kapasitas adsorpsinya terhadap ion besar sehingga dapat dijadikan sebagai adsorben. Beberapa penelitian tentang adsorpsi menggunakan bentonit dapat dirangkum dalam tabel 2.4.

Tabel 2.4 Kapasitas adsorpsi bentonit dalam mengadsorp beragam jenis adsorbat

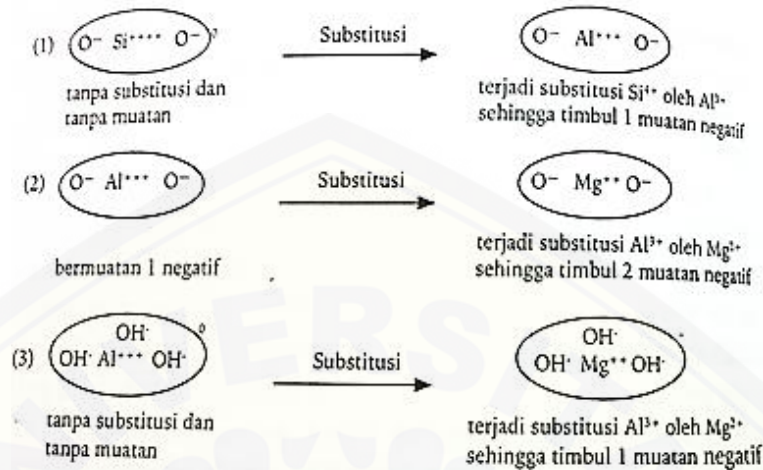
Adsorben	Kapasitas Adsorpsi Bentonit	Adsorbat	Referensi
GMZ Bentonit	26,8 mg.g ⁻¹	La ³⁺	Chen <i>et al.</i> , 2012
Kalsinasi Bentonit	35,67 mg.g ⁻¹	Mg ²⁺	Shahmirzadi <i>et al.</i> , 2016
Bentonit teraktivasi H ₂ SO ₄	4,22 mg.g ⁻¹	Cr ⁶⁺	Moradi <i>et al.</i> , 2015
Bentonit teraktivasi HCl	2,3148 mg.g ⁻¹	Cd ²⁺	Prasetiowati dan Koestiari, 2014

2.4.2 Asal Muatan Negatif *Montmorillonite*

Muatan negatif permanen pada seluruh kisi-kisi lapisan *montmorillonite* disebabkan adanya substitusi isomorfik dan disosiasi gugus hidroksil yang terbuka. Substitusi isomorfik merupakan sumber utama muatan negatif dari lempung berlapis 2:1. Muatan negatif yang dihasilkan dari disosiasi gugus hidroksil yang terbuka kemungkinannya kecil dan bersifat penting untuk lempung tipe lapisan 1:1 (Tan, 1982).

Menurut Tan (1982) substitusi ion silikon (Si⁴⁺) oleh kation aluminium (Al³⁺) dalam lembaran tetrahedral dan ion aluminium (Al³⁺) oleh kation magnesium (Mg²⁺) dalam lembaran oktahedral disebut substitusi isomorfik. Proses substitusi isomorfik terjadi tanpa mengganggu struktur kristal dan menghasilkan muatan negatif permanen karena tidak berubah dengan perubahan pH. Kemudahan substitusi isomorfik bergantung pada ukuran dan valensi ion. Perbedaan ukuran ion-ion yang saling berganti cenderung mirip dan valensinya tidak lebih dari satu satuan. Ion magnesium dan besi berukuran hampir sama dan dapat saling menggantikan. Ukuran Si⁴⁺, Al³⁺, Fe³⁺, Mg²⁺, dan Fe²⁺ secara berurutan adalah 0,42 Å (0,042 nm); 0,51 Å (0,051 nm); 0,64 Å (0,064 nm); 0,66 Å (0,066 nm); dan 0,74 Å (0,074 nm). Substitusi isomorfik Mg-Al-Si dalam

struktur lapisan tetrahedral (1 dan 2) dan Mg-Al pada struktur lapisan oktahedral (3) ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Substitusi isomorfik lapisan tetrahedral dan oktahedral (Sumber: Hanafiah, 2014)

Pertukaran atom pusat Si^{4+} oleh atom bermuatan Al^{3+} dalam lapisan tetrahedral pada Gambar 2.2 menghasilkan satu muatan negatif. Jika atom pusat Al^{3+} ditukarkan dengan Mg^{2+} juga akan menghasilkan satu muatan negatif. Substitusi isomorfik Mg^{2+} atau Fe^{2+} untuk Al^{3+} terjadi pada lapisan oktahedral dan menghasilkan satu muatan negatif. Kondisi ini menyebabkan terjadinya ketidakseimbangan muatan negatif dalam interlayer *monmorillonite*. Kenetralan muatan negatif bagian luar kisi-kisi dapat dipertahankan dengan adanya kation di daerah interlayer. Jika *clay* bersentuhan dengan air, maka akan terjadi pertukaran kation yang ditukarkan dengan kation lainnya. Kondisi ini menunjukkan bahwa aplikasi bentonit sebagai adsorben sebagian besar didasarkan pada kemampuan pertukaran kationnya (Hu *et al.*, 2006).

2.4.3 Jenis Bentonit

Berdasarkan proses terbentuknya di alam, bentonit dibedakan menjadi Na-bentonit dan Ca-bentonit. Ca-bentonit memiliki lapisan interlayer lebih rapat dibanding Na-bentonit karena kekuatan ion bervalensi 2+ dengan permukaan negatif lebih kuat dibanding ion bervalensi 1+. Kerapatan lapisan interlayer

menyebabkan hidrasi Ca-bentonit lebih kecil dibanding Na-bentonit, begitu juga dengan kemampuan mengembangnya (daya *swelling*) (Moghadamzadeh *et al.*, 2013).

Na-bentonit mengandung ion Na^+ relatif lebih banyak dibanding ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} , sebaliknya Ca-bentonit mengandung ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} relatif lebih banyak dibanding ion Na^+ . Na-bentonit memiliki sifat mengembang lebih baik dibanding Ca-bentonit. Ca-bentonit yang didispersikan dalam air akan cepat mengendap (Lestari, 2015). Sebagian besar bentonit Indonesia tergolong ke dalam jenis Ca-bentonit (Widyanagari, 2008).

2.5 Aktivasi Bentonit

Bentonit berpotensi sebagai adsorben karena daya serapnya tinggi dan memiliki kapasitas pertukaran kation tinggi. Daya serap bentonit dapat ditingkatkan melalui proses aktivasi secara fisika maupun kimia. Menurut Zhu *et al.* (2016) kombinasi perlakuan termal dan asam pada sampel montmorillonit dapat meningkatkan luas permukaan (sampai 70%) dan ukuran pori lebih besar dibanding dengan perlakuan tunggal.

2.5.1 Aktivasi Fisika

Aktivasi fisika dilakukan melalui pemanasan (kalsinasi) pada suhu tertentu. aktivasi ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori bentonit sehingga meningkatkan luas internal kristal. Jika luas internal kristal meningkat maka interaksi antara adsorbat dengan adsorben akan lebih efektif (Lestari, 2015). Proses kalsinasi bentonit dapat dilakukan menggunakan oven, *furnace*, dan *microwave radiation* (Shahmirzadi *et al.*, 2016).

Selama kalsinasi bentonit terjadi dehidrasi dan dehidroksilasi (Aytas *et al.*, 2009). Menurut Alemdaroğlu *et al.* (2003) dehidrasi dan dehidroksilasi menyebabkan transformasi struktural sehingga terbentuk kekosongan oktahedral (*octahedral vacancies*) dan keasaman permukaan meningkat. Dehidrasi merupakan peristiwa hilangnya molekul air (H_2O) dari interlayer mineral lempung yang terjadi pada suhu $<220^\circ\text{C}$ (Emmerich *et al.*, 2001). Menurut Toor *et al.*

(2014) dehidrasi merupakan proses reversibel. Molekul air yang menempel pada permukaan bentonit dapat diuapkan selama dehidrasi. Dehidroksilasi merupakan reaksi pembentukan molekul air dari dua gugus hidroksil (OH) dalam struktur oktahedral (Emmerich *et al.*, 2001). Gugus hidroksil yang terikat ke permukaan dilepaskan pada suhu 200-350°C (Emmerich *et al.*, 1999).

Dehidroksilasi merupakan proses irreversibel. Molekul air di daerah interlayer dihilangkan dan partikel mendekat satu sama lain membentuk agregat. Dehidroksilasi menimbulkan transformasi mikropori dan mesopori menjadi makropori sehingga ukuran pori rata-rata meningkat (Toor *et al.*, 2014). ukuran pori < 2nm disebut mikropori, ukuran pori antara 2nm dan 50nm disebut mesopori, dan ukuran pori > 50nm disebut makropori (Önal dan Sarikaya, 2007).

Kalsinasi bentonit perlu dilakukan pada suhu yang tepat. Suhu kalsinasi bentonit yang terlalu tinggi dapat menyebabkan kehilangan daya mengembang (*swelling*) bentonit dan sulitnya rehidrasi bentonit (Kutlić *et al.*, 2012). Selain itu, pemanasan berlebih menimbulkan runtuhnya struktur dan daerah interlayer lempung (Toor *et al.*, 2014). Daerah interlayer yang runtuh menyebabkan partikel lebih dekat satu sama lain sehingga luas permukaan menurun. Runtuhnya lapisan interlayer dapat merusak struktur multilayer lempung sehingga mineral lempung kehilangan struktur aslinya dan membentuk fasa baru seperti mullite, kristobalite dan feldspars dengan sifat yang berbeda (Toor *et al.*, 2014).

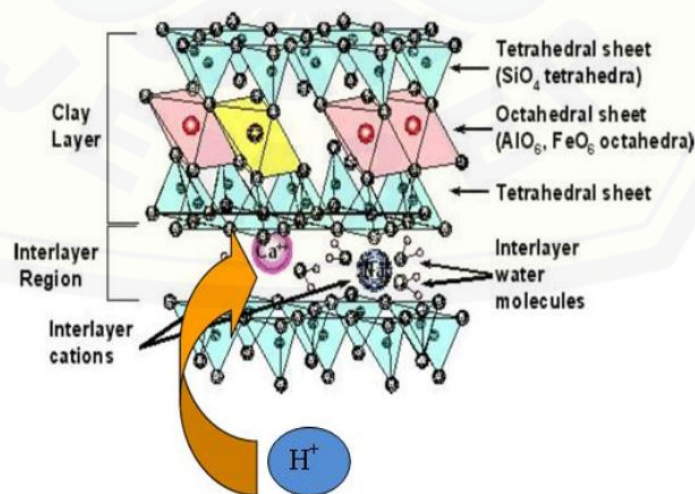
Beragam aktivasi termal yang dilakukan pada montmorillonit sebagai komponen utama bentonit. Aktivasi termal dilakukan pada suhu 105-125°C untuk *Li-montmorillonite*, 300-390°C untuk H atau *Ca-montmorillonite*, dan 390-490 untuk *Na-montmorillonite* (Kutlić *et al.*, 2012). Mineral montmorillonit yang dipanaskan >300°C mengalami penurunan kapasitas penukar kation sebesar 9-68 meq/100g (Grim, 1953).

Na-bentonit umumnya aman ketika dikeringkan pada suhu mencapai 205°C dan dapat dibasahi berulang kali tanpa kehilangan sifat mengembangnya (*swelling properties*) (Kutlić *et al.*, 2012). Aktivasi bentonit dalam kisaran 100°C sampai 1300°C menghasilkan luas permukaan yang semakin meningkat. Luas

permukaan menurun setelah diaktivasi termal pada suhu di atas 400°C (Toor *et al.*, 2014).

2.5.2 Aktivasi Kimia

Aktivasi bentonit oleh asam merupakan salah satu modifikasi kimia mineral lempung yang bertujuan melarutkan sebagian material agar meningkatkan luas permukaan spesifik, porositas, dan keasaman permukaan (Komandel dan Madejová, 2006). Bentonit teraktivasi asam adalah bentonit yang dilarutkan dengan perlakuan asam. Menurut Moghadamzadeh *et al.* (2013) pengotor seperti kalsit dan kation pengotor lain seperti Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} akan dikeluarkan dari lembaran tetrahedral dan oktahedral selama aktivasi asam kemudian ditukar dengan ion hidrogen. Aktivasi sampel bentonit dengan asam menyebabkan adanya penyerangan lapisan aluminosilikat oleh ion hidrogen (proton) di daerah interlayer yang dapat meningkatkan keasaman permukaan, merubah komposisi kimia, sifat fisik dan meningkatkan kapasitas adsorpsi. Simulasi aktivasi asam bentonit dapat dilihat pada Gambar 2.5. Bentonit teraktivasi asam menunjukkan luas permukaan yang tinggi $>200 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume mikropori besar yang menjadikan sebagai adsorben yang baik (Kutlić *et al.*, 2012). Menurut Önal dan Sarikaya (2007) mikropori merupakan pori yang ukurannya $< 2\text{nm}$.



Gambar 2.5 Reaksi aktivasi bentonit dengan asam (Sumber: Prasetiowati dan Koestiari, 2014)

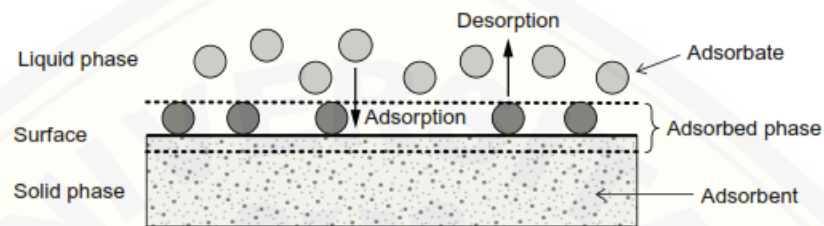
Aktivasi asam dapat meningkatkan situs asam, volume pori, dan luas permukaan spesifik. Menurut Alemdaroğlu *et al.* (2003) proton dari asam sulfat akan menggantikan kation penukar seperti Na^+ dan Ca^{2+} di daerah interlayer selama aktivasi asam. Proton ini tidak banyak berkontribusi untuk keasaman permukaan karena alasan utama peningkatan keasaman permukaan akibat dari deformasi struktural oktahedral. Perubahan struktural oktahedral akibat terbawanya kation Al^{3+} dan Mg^{2+} saat aktivasi menyebabkan kekosongan oktahedral dalam kisi kristal (*octahedral vacancies*). Ion seperti Al^{3+} dan Mg^{2+} yang menduduki pusat oktahedral keluar dan dibawa saat aktivasi sehingga terjadi kekosongan pusat oktahedral dan keasaman lewis meningkat. Proton dari asam sulfat tidak dapat menduduki ruang kosong oktahedral sehingga pusat oktahedral tetap kosong. Kondisi ini menyebabkan gugus hidroksil di sudut-sudut oktahedral labil dan dapat meningkatkan keasaman Bronsted. Ruang kosong dalam kisi oktahedral yang ditinggalkan oleh ion Al^{3+} dan Mg^{2+} selama aktivasi bertidak seperti mikropori dan mesopori. Hal ini meningkatkan volume pori spesifik dan dindingnya meningkatkan luas permukaan spesifik. Menurut Moghadamzadeh *et al.* (2013) luas permukaan spesifik didefinisikan oleh total luas permukaan satu gram bentonit secara signifikan.

Aktivasi bentonit oleh asam konsentrasi tinggi dapat menyebabkan pencucian berlebih dari ion Al^{3+} sehingga struktur kisi pecah dan luas permukaan spesifik lempung menurun (Akpomie dan Dawodu, 2016). Kondisi ini dapat dihindari dengan pemilihan konsentrasi asam yang tepat untuk menghasilkan adsorpsi yang optimal. Menurut Yildiz *et al.* (2004) aktivasi bentonit oleh H_2SO_4 2M menghasilkan luas permukaan maksimum (240,9 m^2/g). Aktivasi bentonit oleh H_2SO_4 dengan konsentrasi lebih tinggi (3-4M) menyebabkan penurunan luas permukaan.

2.6 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses akumulasi adsorbat ke permukaan adsorben. Adsorbat merupakan partikel yang terserap oleh adsorben, sedangkan adsorben

merupakan material pada penyerap adsorbat. Kebalikan dari adsorpsi adalah desorpsi (Atkins dan Paula, 2010). Desorpsi merupakan peristiwa pelepasan adsorbat dari permukaan adsorben. Fenomena desorpsi terjadi karena lepasnya adsorbat dari permukaan adsorben yang jenuh (Fatmawati *et al.*, 2015). Adsorben dan adsorbat merupakan komponen adsorpsi yang ditunjukkan seperti pada Gambar 2.6.

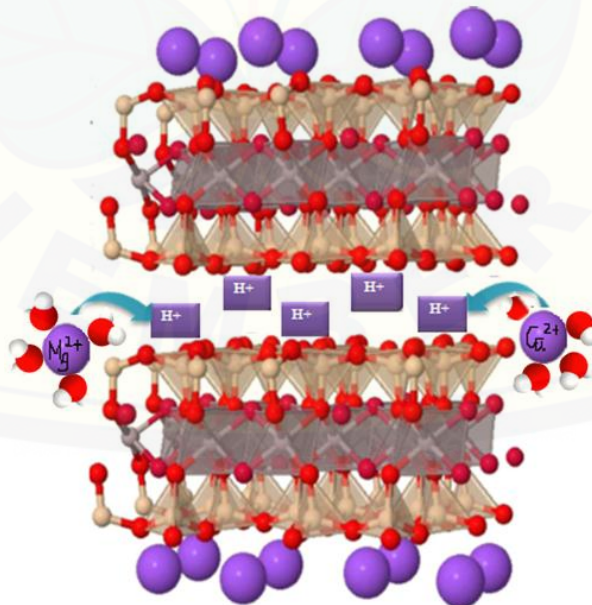


Gambar 2.6 Komponen dasar dalam adsorpsi (Sumber: Worch, 2012)

2.6.1 Adsorpsi Kalsium dan Magnesium Oleh Bentonit Teraktivasi Asam

Menurut Abollino *et al.* (2003) montmorillonit dalam bentonit dapat mengadsorpsi logam melalui dua mekanisme berbeda yaitu:

- Pertukaran kation di daerah interlayer yang dihasilkan dari interaksi elektrostatik antara ion dan muatan negatif permanen pada Gambar 2.7.



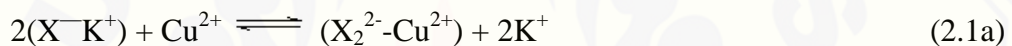
Gambar 2.7 Pertukaran kation di daerah interlayer bentonit teraktivasi asam

- b. Pembentukan kompleks permukaan melalui kelompok Si-O⁻ dan Al-O⁻ pada bagian tepi partikel tanah liat

adsorpsi kation oleh situs tepi mineral lempung terjadi karena adanya protonasi, deprotonasi gugus hidroksil yang terkoordinasi dengan atom logam dari lapisan oktahedral dan tetrahedral. Adsorpsi kation oleh situs tepi mineral lempung membentuk kompleks permukaan (Borisover dan Davis, 2015).

Menurut Ijagbemi *et al.* (2009) reaksi antara ion dan permukaan adsorben berdasarkan pertukaran ion pada permukaan partikel dan protonasi atau deprotonasi pada situs samping, serapan ion logam pada proses penyerapan dapat digambarkan seperti persamaan 2.1 dan 2.2

1. Reaksi pertukaran kation pada permukaan muatan negatif permanen atau daerah interlayer montmorillonit:



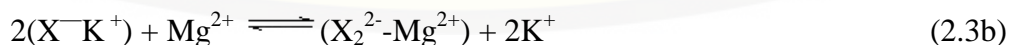
2. Pembentukan kompleks permukaan hidroksil tembaga nikel pada permukaan muatan gugus hidroksil:



(Ijagbemi *et al.*, 2009).

Kalsium dan magnesium merupakan logam yang bervalensi 2 seperti logam Cu dan Ni. Berdasarkan persamaan 2.1 dan 2.2 dapat dituliskan reaksi penyerapan ion Ca²⁺ dan Mg²⁺ pada persamaan 2.3 dan 2.4.

- a. Reaksi pertukaran kation pada permukaan muatan negatif permanen atau daerah interlayer montmorillonit:



- b. Pembentukan kompleks permukaan hidroksil tembaga nikel pada permukaan muatan gugus hidroksil:



Adsorpsi kation alkali dan alkali tanah pada mineral lempung selalu didominasi oleh interaksi elektrostatik dan sangat lemah ketergantungannya terhadap pH, tetapi sangat tergantung pada kekuatan ionik (Borisover dan Davis, 2015). Kalsium dan magnesium merupakan kelompok alkali tanah yang akan diadsorpsi oleh bentonit teraktivasi. Menurut Yang *et al.* (2010) adsorpsi kation Ca^{2+} lebih besar dibanding Mg^{2+} pada permukaan bentonit. Hasil adsorpsi kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} dapat dinyatakan sebagai persentase adsorpsi (%) seperti pada persamaan 2.5.

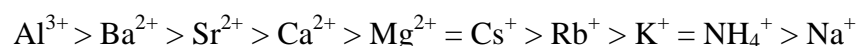
$$\% \text{ adsorpsi} = \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100\% \quad (2.5)$$

m_0 merupakan massa awal Ca atau Mg dalam *bittern* (mg/L), m_f merupakan konsentrasi Ca atau Mg dalam *bittern* setelah adsorpsi (mg/L) (Yang *et al.*, 2010).

2.6.2 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi adalah sifat fisis dan kimia dari material adsorben dan partikel adsorbat. Sifat fisis dan kimia dari adsorben seperti ukuran partikel adsorben, luas permukaan adsorben, dan komposisi kimia dari adsorben. Semakin kecil ukuran material adsorben, luas permukaan adsorben semakin meningkat sehingga partikel adsorbat yang teradsorpsi semakin banyak. Sedangkan sifat fisis dan kimia dari partikel adsorbat seperti ukuran partikel adsorbat, komposisi kimia adsorbat (muatan partikel adsorbat), dan konsentrasi adsorbat dalam cairan (Rizky, 2015).

Afinitas kation yang terserap ke permukaan adsorben lebih besar untuk kation divalen (bervalensi 2) dibanding kation monovalen (bervalensi 1) dan kation berukuran lebih besar dibanding kation berukuran kecil untuk muatan kation yang sama. Hal ini terjadi karena kation berukuran lebih besar kurang terhidrasi. Urutan afinitas umumnya seperti berikut:



(Wild, 1993).

Beberapa faktor lain yang mempengaruhi proses adsorpsi diantaranya:

a. pH

pH mempengaruhi proses adsorpsi karena spesies partikel adsorbat dalam berbagai pH berbeda sehingga kelarutannya juga berbeda. pH juga mempengaruhi muatan dari adsorben khususnya untuk adsorben *clay mineral* tipe 1:1. Menurut Menegui *et al.* (2017) atom oksigen pada permukaan lempung berinteraksi dengan air membentuk kompleks berair ketika medium asam. Pembentukan kompleks berair dapat dilihat pada persamaan 2.6.



Menurut Xu *et al.* (2008) kenaikan pH menyebabkan deprotonasi gugus hidroksil ($\equiv\text{SOH}$) dari permukaan lempung sehingga membentuk muatan negatif ($\equiv\text{SO}^-$). pH asam menyebabkan protonasi gugus hidroksil dari permukaan lempung. Reaksi protonasi dan deprotonasi gugus hidroksil dapat dilihat pada persamaan 2.7 dan 2.8.



b. Waktu kontak

Waktu kontak antara permukaan adsorben dengan partikel adsorbat mempengaruhi proses adsorpsi karena keduanya (adsorben dan adsorbat) membutuhkan waktu untuk saling berinteraksi (bertumbukan) satu sama lain.

c. Massa adsorben

Massa adsorben mempengaruhi proses adsorpsi karena semakin banyak adsorben maka semakin banyak permukaan adsorben yang berinteraksi dengan partikel adsorbat, dan adsorpsi dapat berlangsung secara maksimal

d. Temperatur

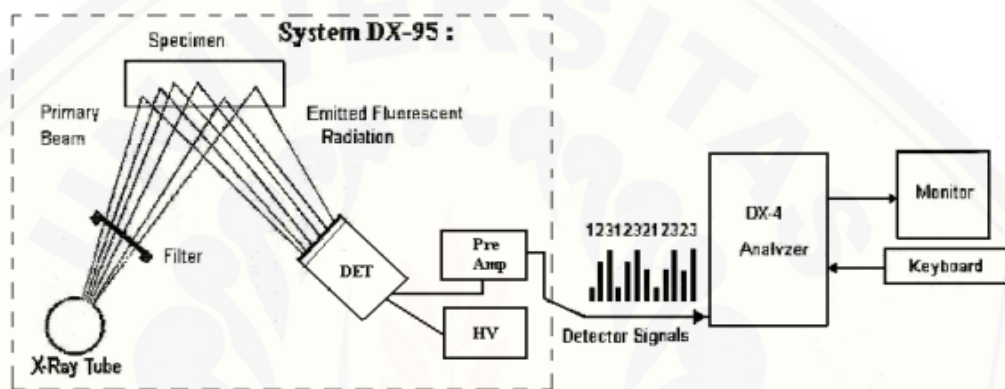
Temperatur mempengaruhi viskositas dan stabilitas senyawa yang terserap

e. Kecepatan pengadukan

Kecepatan pengadukan mempengaruhi proses adsorpsi karena semakin konsisten kecepatan pengadukan akan menghasilkan interaksi (tumbukan) antara adsorben dan adsorbat semakin banyak. Semakin banyak tumbukan yang terjadi maka akan mencapai kesetimbangan dengan cepat (Rizky, 2015).

2.7 X-Ray Florescence (XRF)

XRF merupakan alat untuk analisis komposisi unsur yang ada dalam suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan dengan spektrum unsur pada energi sinar-X karakteristiknya. Analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum. Skema alat XRF menggunakan DX-95 dapat dilihat pada Gambar 2.8 (Jamaluddin dan Adiantoro, 2012).



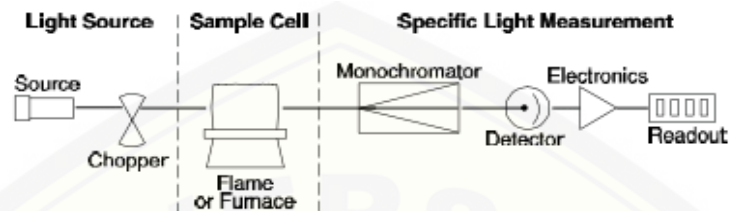
Gambar 2.8 Skema spektrometer XRF DX-95(Sumber: Jamaluddin dan Adiantoro, 2012)

Prinsip kerja XRF yaitu sampel disinari dengan sinar-X primer dari tabung sinar-X (*X-Ray Tube*) sehingga sampel tersebut memancarkan sinar-X fluoresensi. Jika radiasi dari tabung sinar-X mengenai suatu bahan, maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih rendah sambil memancarkan sinar-X karakteristik. Sinar-X karakteristik ini ditangkap oleh detektor dirubah ke dalam sinyal tegangan (voltage), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analyzer untuk diolah datanya. Energi maksimum sinar-X primer (keV) tergantung tegangan listrik (kVolt) dan kuat arus (μA ,pere). Fluoresensi sinar-X tersebut dideteksi oleh detektor SiLi (Jamaluddin dan Adiantoro, 2012).

2.8 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom merupakan jenis alat untuk mengukur kadar logam secara kuantitatif. Prinsi kerja SSA bermula dari perubahan sampel aerosol dalam *flame* (pengapian) menjadi atom berwujud gas kemudian menyerap sebagian cahaya dari sumber cahaya sesuai dengan panjang gelombang spesifik

dari unurnya. Kondisi ini menyebabkan atom tereksitasi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Jumlah cahaya yang diserap akan terdeteksi oleh detektor kemudian diteruskan ke *recorder* dan dikonvert sebagai absorbansi (Elmer, 1982). Rangkaian instrumen SSA ditunjukkan pada Gambar 2.9.

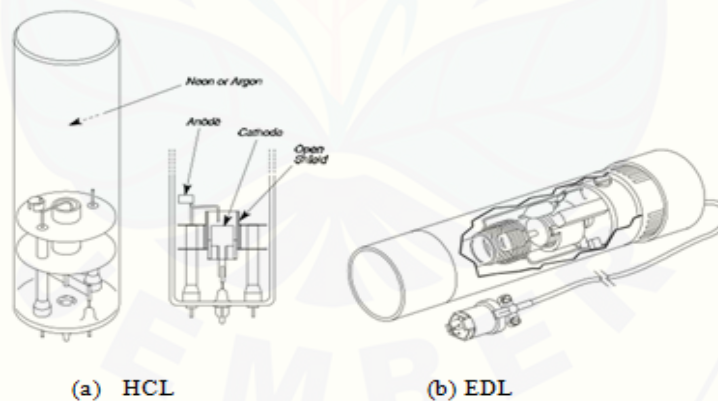


Gambar 2.9 Skema alat spektrofotometri serapan atom (Sumber: Elmer, 1982)

Spektrofotometri serapan atom memiliki lima komponen utama sebagai berikut:

a. Sumber cahaya

Sumber cahaya dalam SSA mengemisikan spektrum unsur penting dan spesifik. Sumber cahaya yang digunakan dalam SSA *hollow cathode lamp* (HCL) dan *electrodeless discharge lamp* (EDL). Perbedaan HCL dan EDL dapat dilihat pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Sumber cahaya dalam SSA (Sumber: Elmer, 1982)

HCL sangat baik, terang, stabil untuk sebagian besar unsur tetapi kelemahannya intensitas rendah dan masa pakai lampu pendek untuk beberapa unsur volatil. EDL lebih unggul karena cahaya yang dikeluarkan lebih kuat dari HCL, memiliki batas deteksi lebih rendah untuk beberapa unsur, presisinya lebih baik, lebih sensitif,

umur pemakaian lebih panjang, dan sesuai untuk berbagai jenis unsur termasuk logam volatil.

b. Unit pengatoman (*atomizer unit*)

Unit pengatoman sebagai tempat terjadinya atomisasi berperan mengubah sampel menjadi atom pada keadaan *ground state*. Unit pengatoman tersebut berupa *flame, graphite furnace*

c. Monokromator

Monokromator berperan dalam memonokromatis cahaya polikromatis sesuai dengan panjang gelombang logam yang dianalisis. Prisma atau kisi difraksi merupakan jenis monokromator yang digunakan dalam SSA

d. Detektor

Detektor berperan dalam mengukur intensitas cahaya dan memperkuat sinyal. Fungsi lain dari detektor adalah mengubah sinyal cahaya menjadi sinyal listrik. Jenis detektor yang sering digunakan dalam alat SSA adalah *Photomultiplier tube*

e. *Read out (recorder)*

Read out berperan dalam mencatat hasil pembacaan alat SSA yang ditunjukkan dengan nilai absorbansi

(Noriyanti, 2012).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia, FMIPA dan Laboratorium Struktur Jurusan Teknik Sipil, Fakultas Teknik Universitas Jember dimulai bulan Mei sampai Oktober 2018. Analisis Ca dan Mg dengan SSA di Laboratorium Kesuburan Tanah Jurusan Tanah, Fakultas Pertanian. Karakterisasi XRF bentonit di Laboratorium Terpadu Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Sebelas Maret (UNS).

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

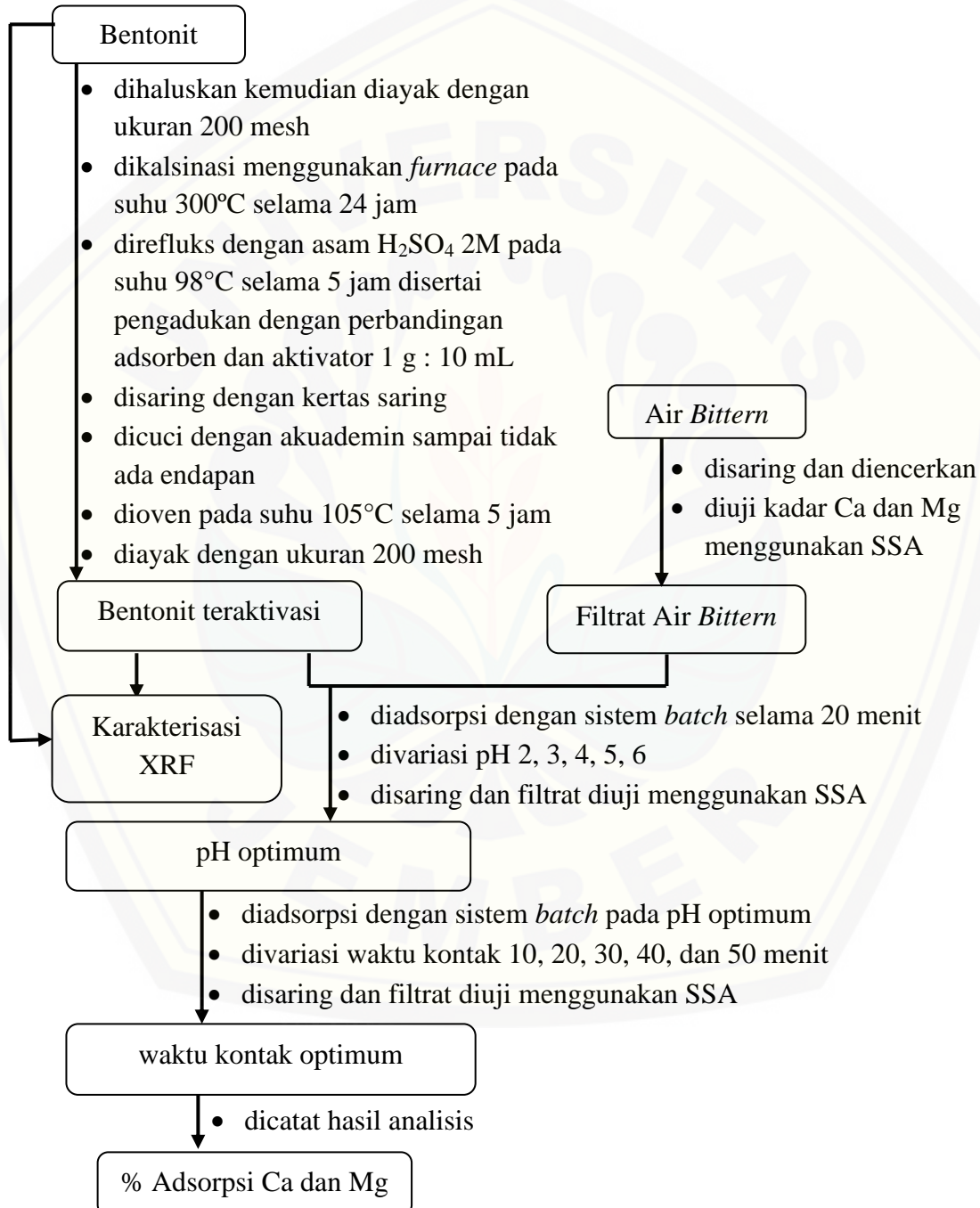
Peralatan dalam penelitian ini terdiri dari pH meter merk Jenway 3505 pH meter, *furnace*, gelas beaker (1000, 500) mL, cawan porselen, spatula, batang pengaduk, kaca arloji, gelas ukur 100 mL, *erlenmeyer* 125mL, corong gelas, labu ukur (1000, 100, 50) mL, pipet tetes, pipet *mohr* (1, 5, 10) mL, pipet volume (1, 5, 10, 15, 20, 25, 50) mL, *ball* pipet, neraca analitik FS-AR210 merk FUJITSU, botol semprot, desikator, oven merk P. SELECTA, *Shaker*, *hot plate magnetic stirrer* merk Thermo scientific CIMAREX dan anak stirrer, ayakan 200 mesh, seperangkat alat refluks (kondensor, labu leher tiga, tutup karet, selang, cawan *stain less steel*), statif dan klem, loyang, termometer 100°C, SSA-6300 merk SHIMADZU, XRF S2 Ranger.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan dalam penelitian ini terdiri dari sampel air *bittern*, bentonit teknis Indonesia, larutan H_2SO_4 95% (*merck*, $M_r = 98,08 \text{ g.mol}^{-1}$, $\rho = 1,84 \text{ g.mL}^{-1}$), kertas saring, akuades, akuademin, larutan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 99% (*merck*, $M_r = 203,30 \text{ g.mol}^{-1}$), larutan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 99% (*merck*, $M_r = 147,02 \text{ g.mol}^{-1}$), $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

(*merck*, $M_r=210,14 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$), $\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 99,5% (*merck*, $M_r= 177,99 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$), $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 99% (*merck*, $M_r = 244,28 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$).

3.3 Diagram alir penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Larutan-larutan

a) Pembuatan Larutan Aktivator Asam Sulfat (H_2SO_4) dengan Konsentrasi 2M

Larutan H_2SO_4 2M dibuat dengan mengambil 140,5 mL larutan H_2SO_4 pekat (95% v/v, $\rho=1,84$ g/mL) diencerkan ke dalam labu ukur 1000 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

b) Pembuatan Larutan Induk Ca^{2+} 1000 ppm

Larutan induk Ca^{2+} 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 0,18341 g padatan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan akuades dalam gelas kimia. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok secara perlahan dan diperoleh larutan induk Ca^{2+} 1000 ppm.

c) Pembuatan Larutan Standar Ca^{2+}

Larutan standar 10 ppm Ca^{2+} dibuat dengan mengencerkan 1 mL larutan standar Ca^{2+} 1000 ppm dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan standar 10 ppm Ca^{2+} kemudian diecerkan menjadi 1; 2; 3; 4; 5 ppm dengan cara mengambil 5; 10; 15; 20; dan 25 mL dari masing-masing konsentrasi dan dimasukkan ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

d) Pembuatan Larutan Induk Mg^{2+} 1000 ppm

Larutan induk Mg^{2+} 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 0,41823 g padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan akuades dalam gelas kimia. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok secara perlahan dan diperoleh larutan induk Mg^{2+} 1000 ppm.

e) Pembuatan Larutan Standar Mg^{2+}

Larutan Mg^{2+} 10 ppm dibuat dengan mengencerkan 1 mL larutan standar Mg^{2+} 1000 ppm dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan standar Mg^{2+} 10 ppm diencerkan menjadi 1 ppm dengan mengambil 10 mL larutan standar 10 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Range konsentrasi Mg^{2+} yang digunakan adalah 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 ppm dengan cara mengambil 5, 10, 15, 20, dan 25 mL dari larutan standar konsentrasi 1 ppm

kemudian dimasukkan ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

f) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar Ca^{2+} dan Mg^{2+} dengan range konsentrasi masing-masing 1; 2; 3; 4; 5 ppm dan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ppm diukur menggunakan SSA. Kurva kalibrasi dilakukan dengan pengukuran larutan standar mulai dari konsentrasi terendah sampai tertinggi. Hasil pengukuran berupa data absorbansi kemudian dibuat grafik dengan sumbu x dan y masing-masing sebagai konsentrasi dan absorbansi. Hubungan dari kedua sumbu menghasilkan persamaan regresi linier seperti pada persamaan 3.1.

$$Y = mx + c \quad (3.1)$$

Persamaan regresi linier akan mendapatkan data slope (m) dan intersep (c).

g) Pembuatan Larutan *Buffer* pH 2 - 6

Larutan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 0,1M ditimbang sebanyak 5,254 g, kemudian dilarutkan dalam 250 mL akuades dan dilabel sebagai larutan A. Larutan natrium hidrogen fosfat (8,899 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 250 mL) 0,2M ditimbang sebanyak 8,899 g, kemudian dilarutkan dalam 250 mL akuades dan dilabel sebagai larutan B. Larutan A dan larutan B dicampur secara perlahan dan diukur pH nya menggunakan pH meter sesuai dengan pH yang diinginkan. Jika pH terlalu tinggi maka ditambahkan asam sitrat sampai diperoleh pH yang diinginkan, sebaliknya jika pH terlalu rendah maka ditambahkan garam dinatrium hidrogen fosfat sampai diperoleh pH yang diinginkan. Komponen larutan A dan larutan B yang dicampurkan dapat dilihat pada tabel 3.1 (Svehla, 1979).

Tabel 3.1 Komponen asam dan basa konjugat dari buffer pH 2-6

Larutan A (mL)	Larutan B (mL)	pH
19,60	0,40	2
15,89	4,11	3
12,29	7,71	4
9,70	10,30	5
7,37	12,63	6

(Sumber: Svehla, 1979)

3.4.2 Preparasi Sampel Air *Bittern*

Sampel *bittern* disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor. Sampel diencerkan 1000 kali pengenceran untuk analisis Ca dan 20000 kali pengenceran untuk analisis Mg, kemudian dianalisa menggunakan SSA untuk mengetahui kadar Ca dan Mg dalam sampel. Ca dan Mg dicatat sebagai komposisi massa Ca dan Mg awal (sebelum adsorpsi / m_0).

3.4.3 Aktivasi Bentonit

Bentonit diaktivasi secara fisika dan kimia. Aktivitasi fisika dilakukan dengan proses kalsinasi, sedangkan aktivasi kimia dilakukan dengan pengasaman menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) 2M. Proses kerja aktivasi bentonit dapat dilihat pada Gambar 3.1.



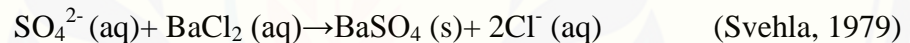
Gambar 3.1 Proses aktivasi bentonit

a) Aktivasi Fisika dengan Proses Kalsinasi Bentonit

Bentonit dihaluskan kemudian diayak dengan ukuran ayakan 200 mesh (0,074mm). Bentonit dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu $300^\circ C$ selama 24 jam. Bentonit terkalsinasi yang dihasilkan kemudian diaktivasi kimia.

b) Aktivasi Kimia Bentonit dengan H₂SO₄ 2M

Larutan aktivator H₂SO₄ 2M sebanyak 1200 mL dimasukkan ke dalam labu alas bulat kemudian dinaikkan suhunya sampai 98°C. Bentonit terkalsinasi sebanyak 120 gram dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan direfluks pada suhu 98°C dengan perbandingan adsorben dan larutan aktivator 1g :10 mL. Proses refluks dilakukan selama 5 jam dan disertai pengadukan menggunakan *magnetik stirrer*. Bentonit teraktivasi yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring kemudian residu dicuci menggunakan akuademin dan dilanjutkan dengan penyaringan. Identifikasi adanya ion sulfat (SO₄²⁻) dalam filtrat dapat ditetesi dengan larutan BaCl₂·2H₂O. Hasil positif ditandai dengan terbentuknya endapan putih yang menunjukkan terbentuknya garam BaSO₄. Proses pencucian adsorben dihentikan ketika tidak terbentuk endapan putih kemudian dilanjutkan dengan pengeringan (di oven) pada suhu 105°C selama 5 jam sehingga diperoleh bentonit teraktivasi. Reaksi ion sulfat dengan BaCl₂ dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut:



Bentonit teraktivasi didinginkan dalam desikator kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 200 mesh. Bentonit yang lolos dari ayakan 200 mesh disimpan dalam wadah tertutup rapat untuk digunakan saat adsorpsi.

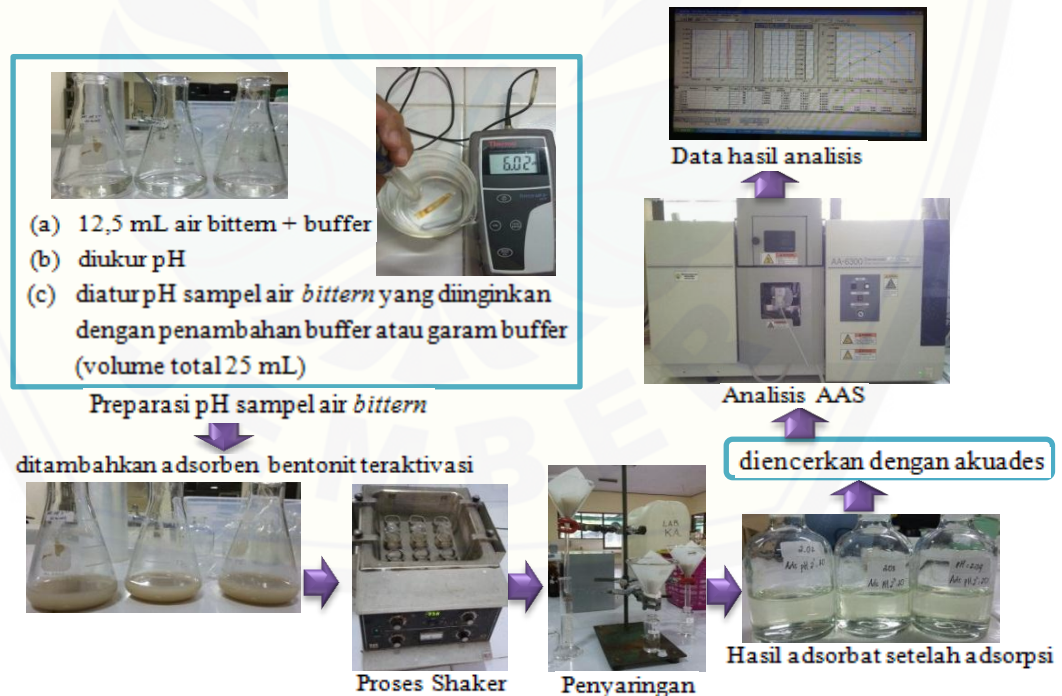
Bentonit teraktivasi memiliki daya serap yang meningkat sehingga perlu diperhatikan saat pencucian bentonit supaya tidak terjadi *swelling*. Jika bentonit mengalami *swelling*, maka pemisahan secara filtrasi tidak dapat dilakukan. Hal ini dapat diatasi dengan pemisahan secara *centrifuge*. Proses pemisahan secara *centrifuge* dapat dilihat pada gambar 3.2 yang menghasilkan pelet (zat yang menempel di dinding tabung) dan supernatan (cairan di atas pelet).



Gambar 3.2 Proses pemisahan secara *centrifuge*

3.4.4 Optimasi pH Adsorpsi Ca dan Mg dalam Air *Bittern*

Proses adsorpsi Ca dan Mg oleh bentonit teraktivasi secara sistem *batch* dilakukan dengan meletakkan 1 gram adsorben bentonit teraktivasi ke dalam 25mL campuran air *bittern* dan *buffer* pH 2, kemudian diaduk menggunakan *shaker* selama 20 menit. Adsorpsi Ca dan Mg diulangi untuk variasi pH 3, 4, 5, dan 6 dengan proses yang sama seperti pada pH 2. Variasi pH yang digunakan dalam proses adsorpsi bertujuan untuk menentukan pH optimum. Setelah proses adsorpsi selesai, kemudian campuran adsorben dan air *bittern* disaring. Volume adsorbat setelah adsorpsi diukur dan dicatat. Adsorbat setelah adsorpsi dianalisis menggunakan SSA untuk menentukan absorbansinya. Jika absorbansi terlalu besar dari range kurva standar, maka dilakukan pengenceran adsorbat. Proses kerja adsorpsi Ca dan Mg dalam air *bittern* oleh bentonit teraktivasi dapat dilihat pada Gambar 3.3. Adsorpsi pada masing-masing variasi pH dilakukan tiga kali pengulangan. Hasil adsorpsi Ca dan Mg bentonit teraktivasi dinyatakan sebagai persentase adsorpsi (% adsorpsi) yang ditentukan berdasarkan persamaan 2.5.



Gambar 3.3 Proses adsorpsi Ca dan Mg dalam air *bittern* oleh bentonit teraktivasi

3.4.5 Optimasi Waktu Kontak Adsorpsi Ca dan Mg dalam Air *Bittern*

Proses adsorpsi Ca dan Mg untuk menentukan waktu kontak optimum dilakukan dengan prosedur yang sama seperti adsorpsi pada variasi pH, tetapi pH yang digunakan adalah pH optimum. Proses adsorpsi dilakukan pada pH 5 untuk adsorpsi Ca dan pH 4 untuk adsorpsi Mg pada variasi waktu kontak. Variasi waktu kontak yang digunakan adalah 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Setelah proses adsorpsi selesai, kemudian campuran adsorben dan air *bittern* disaring. Volume adsorbat setelah adsorpsi diukur dan dicatat. Adsorbat dianalisis menggunakan SSA. Jika absorbansi terlalu besar dari range kurva standar, maka dilakukan pengenceran adsorbat. Masing-masing waktu kontak dilakukan tiga kali pengulangan. Hasil adsorpsi Ca dan Mg bentonit teraktivasi dinyatakan sebagai persentase adsorpsi (% adsorpsi) yang ditentukan berdasarkan persamaan 2.5.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Bentonit teraktivasi mengalami perubahan komposisi SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 dari 53,20%; 13,44%; 20,80%; 2,23% menjadi 72,55%; 10,58; 8,68%; 2,28%. Peningkatan jumlah SiO_2 mengindikasikan semakin banyak gugus silanol dan berperan penting dalam proses adsorpsi.
2. Adsorpsi Ca meningkat seiring dengan kenaikan pH. Adsorpsi Ca optimum mencapai 97,211% pada pH 5, sedangkan peningkatan pH tidak diikuti secara linier terhadap adsorpsi Mg. Adsorpsi Mg optimum oleh bentonit teraktivasi dicapai pada pH 4 dengan persentase adsorpsi mencapai 71,222%.
3. Adsorpsi Ca tidak dipengaruhi secara signifikan oleh waktu kontak, sedangkan adsorpsi Mg sangat berpengaruh. Adsorpsi Ca optimum oleh bentonit teraktivasi dicapai pada waktu kontak selama 50 menit dengan persentase adsorpsi mencapai 97,479%, sedangkan adsorpsi Mg optimum selama waktu kontak 30 menit dengan persentase adsorpsi mencapai 82,995%.

5.2 Saran

1. Perlu menggunakan buffer asetat-amoniak dalam preparasi pH larutan air *bittern* untuk menghindari terbentuknya endapan saat mengkondisikan pH larutan sampel.
2. Perlu dilakukan penentuan massa adsorben dan kecepatan pengadukan optimum untuk adsorpsi kalsium dan magnesium dalam air *bittern* oleh bentonit teraktivasi agar diperoleh hasil adsorpsi yang lebih baik
3. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui kemampuan adsorpsi natrium dan kalium dalam air *bittern* oleh bentonit teraktivasi

DAFTAR PUSTAKA

- Abollino, O., M. Aceto, M. Malandrino, C. Sarzanini, E. Mentasti. 2003. Adsorption of Heavy Metals on Na-Montmorillonite. Effect of pH and Organic Substances. *Water Research*. 37: 1619-1627.
- Akpomi, K. G., dan F. A. Dawodu. 2016. Acid- Modified Montmorillonite for Sorption of Heavy Metals from Automobile Effluent. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*. 5(1): 1-12.
- Al-Ani, T., dan Sarapää. 2008. *Clay and Clay Mineralogy Physical-Chemical Properties and Industrial uses*. Finland: GTK Espoo.
- Alemдарođlu, T., G. Akkuş M. Önal, Y. Sarikaya. 2003. Investigation of the Surface Acidity of a Bentonite Modified by Acid Activation and Thermal Treatment. *Turkish Journal of Chemistry*. 27: 675-681.
- AM, Y., A. A. MM, A. MA. 2014. Solid phase Extraction and Spectrophotometric Determination of Methylene Blue in Environmental Sample using Bentonite and Acid Activated Bentonite from Egypt. *Journal of Analytical Bioanalytical Techniques*. 5(1): 179.
- Atkins P., dan J. D. Paula. 2010. *Physical Chemistry Ninth Edition*. New York: Oxford University Press.
- Aytas, S., M. Yurtlu, R. Donat. 2009. Adsorption Characteristic of U (VI) Ion Onto Thermally Activated Bentonite. *Journal Hazardous Materials*. 172: 667-674.
- Borisover, M. Dan J. A. Davis. 2015. Adsorption of Inorganic and Organic Solutes by Clay Minerals. *Development in Clay Sciences*. 6: 33-70.
- Chen, Y., C. Zhu, Y. Sun, H. Duan, W. Ye, D. Wu. 2012. Adsorption of La(III) onto GMZ Bentonite: Effect of Contact Time, Bentonite Content, pH Value, Ionic Strength. *Journal of Radioanalytical Nuclear Chemistry*. 292: 1339-1347.

- Cherian, C., N. J. Kollannur, S. Bandipally, D. N. Arnepalli. 2018. Calcium Adsorption on Clays: Effects of Mineralogy, Pore Fluid Chemistry and Temperature. *Applied Clay Science*. 40: 282-289.
- Chrisitidis, G.E., P.W. Scott, A.C. Dunham. 1997. Acid Activation and Bleaching Capacity of Bentonites from the Island of Milos and Chios, Aegean, Greece. *Applied Clay Science*. 12: 329-347.
- Conroy, J., dan M. F. Couturier. 2009. *Phosphorus Leaching during the Hydrolysis of Fish Waste Solids*. Dalam *Aquaculture Canada 2008: Growing Quality Seafood through Innovation*. Editor C.I. Hendry. Canada: Taylor Printing Group Inc., Federation, NB.
- Darn, S. M., R. Sodi, L. R. Ranganath, N. B. Roberts, J. R. Duffield. 2006. Experimental and Computer Modelling Speciation Studies of the effect of pH and phosphate on the Precipitation of Calcium and Magnesium Salts in Urine. *Clinical Chemistry Laboratory Medicine*. 44(2): 185-191.
- Drits, V. A., G. Besson, F. Muller. 1995. An Improved Model for Structural Transformations of Heat-Treated Aluminous Dioctahedral 2:1 Layer Silicates. *Clay and Clay Minerals*. 43(6): 718-731.
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius (Anggota IKAPI).
- Elmer, P. 1982. *Analytical Method for Atomic Absorption Spectrophotometry*. USA: Connecticut.
- Emmerich, K., F. T. Madsen, G. Kahr. 1999. Hydroxylation Behavior of Heat-Treated and Steam-Treated Homoionic *Cis*-Vacant Montmorillonites. *Clay and Clay Minerals*. 47 (5): 591-604.
- Emmerich, K., M. Plötze, G. Kahr. 2001. Reversible Collapse and Mg^{2+} Release of de- and Rehydroxylated Homoionic *Cis*-Vacant Montmorillonites. *Applied Clay Science*. 19: 143-154.

- Fatmawati, S. N., R. Hastuti, A. Haris. 2015. Pengaruh H_2SO_4 pada PVA yang Dimodifikasi pada Campuran Massa Tongkol Jagung Bulu Ayam sebagai Adsorben Campuran Logam Pb^{2+} dan Cu^{2+} . *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 18(2): 50-56.
- Gates, W. P., J. S. Anderson, M. D. Raven, G. J. Churchman. 2002. Mineralogy of Bentonite from Mile, Queensland, Australia, and Characterisation of its Acid Activation Product. *Applied Clay Science*. 20: 189-197.
- Gaw, A., M. J. Murphy, R. A. Cowan, D. S. J. O'Reilly, M. J. Stewart, J. Shepherd. 2011. *Clinical Biochemistry: an Illustrated Colour Text*. 4th Ed. Singapore: Elsevier Pte Ltd. Terjemahan oleh Mahode, A. A. and J. Manurung. 2012. *Biokimia Klinis: Teks Bergambar*. Ed. 4. Jakarta: EGC Medical Publisher.
- Grim, R. E. 1953. *Clay Mineralogy*. New York: McGraw-Hill Book Company, Inc.
- Hanafiah, K. A. 2014. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Jakarta: PT RajaGrafindo Persada.
- Hu, Q. H., S. Z. Qiao, F. Haghseresht, M. A. Wilson, G. Q. Lu. 2006. Adsorption Study for Removal of Basic Red Dye Using Bentonite. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 45(2): 733-738.
- Huheey, J. E. 1983. *Inorganic Chemistry Third Edition*. New York: Publisher.Inc.
- Hussin, F., M. K. Aroua, W. M. A. W. Daud. 2011. Textural Characteristic, Surface Chemistry and Activation of Bleaching Earth: a Review. *Chemical Engineering Journal*. 170: 90-106.
- Ijagbemi, C.O., M. H. Baek, D.S. Kim. 2009. Montmorillonite surface Properties and Sorption Characteristics for Heavy Metal Removal from Aqueous Solution. *Journal of Hazardous Materials*. 166: 538-546.
- Jamaludin, A dan D.Adiantoro. 2012. Analisis Kerusakan X-Ray Floresensi (XRF). *Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir (BATAN)*. ISSN 1979-2409.

- Kabay, N., M. Demircioglu, E. Ersöz, I. Kurucaovali. 2002. Removal of Calcium and Magnesium Hardness by Electrodialysis. *Presented at International Congress on Membranes and Membrane Processes (ICOM)*. 7-12 Juli 2012. *Desalination*. 149: 343-349.
- Kadir, N. N. A., M. Shahadat, S. Ismail. 2016. Formulation Study for Softening of Hard Water using Surfactant Modified Bentonite Adsorbent Coating. *Applied Clay Science*. 137: 168-175.
- Komandel, P., dan J. Madejová. 2006. Acid Activation of Clay Minerals. *Developments in Clay Science*. 1: 263-287.
- Kutlić, A., G. Bedeković, I. Sobota. 2012. Bentonite Processing. *The Mining-Geological-Petroleum Engineering Bulletin*. 24(1):61-65.
- Lestari, I. P. 2015. Efektivitas Bentonit Teraktivasi sebagai Penurun Kadar Ion Fosfat dalam Perairan. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Li, J., J. Hu, G. Sheng, G. Zhao, Q. Huang. 2009. Effect of pH, Ionic Strength, foreign Ions and Temperature on the Adsorption of Cu(II) from Aqueous Solution to GMZ Bentonite. *Colloidal and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 349: 195-201.
- Lide, D. R. 2005. Solubility Product Constants in CRC Handbook of Chemistry and Physics Internet Version. <http://www.hbcnetbase.com>. [Diakses pada 12 November 2018].
- Lim, S. C., C. Gomes, M. Z. A. A. Kadir. 2013. Characterizing of Bentonite with Chemical, Physical and Electrical Perspectives for Improvement of Electrical Grounding Systems. *International Journal Electrochemical Science*. 8: 11429-11447.
- Meneguín, J.G., M.P. Moises, T. Karchiyappan, S.H.B. Faria, M.L. Gimenes, M.A.S.D de Barros, S. Venkatachalam. 2017. Preparation and Characterization of Calcium Treated Bentonite Clay and its Application for

the Removal of Lead and Cadmium Ions: Adsorption and Thermodynamic Modeling. *Process Safety and Environmental Protection*. 111: 244-252.

- Moghadamzadeh, H. R., M. Naimi, H. Rahimzadeh, M. Ardjmand, V. M. Nansa, A. M. Hanadi. 2013. Experimental Study of Adsorption Properties of Acid and Thermal Treated Bentonite from Tehran (Iran). *International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering*. 7(6).
- Moradi, M., A. Dehpahlavar, R. R. Kalantary, A. Ameri, M. Farzadkia, H. Izanloo. 2015. Application of Modified Bentonite using Sulfuric Acid for the Removal of Hexavalent Chromium from Aqueous Solutions. *Environmental Health Engineering and Management Journal*. 2(3): 99-106.
- Noriyanti. 2012. Analisis Kalsium, Kadmium dan Timbal pada Susu Sapi secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Depok: Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Önal, M. 2006. Physicochemical Properties of Bentonites: an overview. *Communications Faculty of Science University Ankara Series B*. 52(2): 7-21.
- Önal, M., dan Y. Sarikaya. 2007. Preparation and Characterization of Acid-Activated Bentonite Powders. *Powder Technology*. 172: 14-18.
- Ozkan, A., H. Ucbeyiay, S. Duzyol. 2009. Comparison of Stages in Oil Agglomeration Process of Quartz with Sodium Oleate in the Presence of Ca(II) and Mg(II) Ions. *Journal of Colloid and Interface Science*. 329: 81-88.
- Pawar, R. R., Lalhmunsiam, H. C. Bajaj, S. M. Lee. 2016. Activated Bentonite as a Low Cost Adsorbent for the Removal of Cu(II) and Pb(II) from Aqueous Solutions: Batch and Column Studies. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 34: 213-223.
- Prasetiowati, Y., dan T. Koestiari. 2014. Kapasitas Adsorpsi Bentonit Teknis sebagai Adsorbent Ion Cd²⁺. *UNESA journal of Chemistry*. 3(3).

- Pujiastuti, C. 2008. Kajian Penurunan Ca dan Mg dalam Air Laut Menggunakan Resin (Dowex). *Jurnal Teknik Kimia*. September 2008. 3(1).
- Rezapour, M., H. Abdollahi, H. Khorrani, J. T. Valmazuei. 2014. Application of Raw HCl and H₂SO₄ activated Bentonite as Adsorbent for the Removal of Zn²⁺ and Pb²⁺ from Aqueous Solution. 27 Desember 2014. *Taylor & Francis*. 1-10.
- Rizky, I. P. 2015. Aktivasi Arang Tongkol Jagung menggunakan HCl sebagai Adsorben Ion Cd(II). *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Rolence, C., R. L. Machunda, K. N. Njau. 2014. Water hardness removal by coconut shell activated carbon. *International Journal of Science*. 5(2): 97-102.
- Ruan, Y., Z. Zhang, H. Luo, C. Xiao, F. Zhou, R. Chi. 2018. Effect of Metal Ions on the Flotation of Apatite, Dolomite and Quartz. *Minerals*. 8(4): 141.
- Sahara, E. 2011. Regenerasi Lempung Bentonit dengan NH⁴⁺ Jenuh yang diaktivasi Panas dan Daya Adsorpsinya Terhadap Cr(III). *Jurnal Kimia*. 5(1): 81-87.
- Santos, V. C. G. D., M. T. Grassi, G. Abate. 2015. Sorption of Hg(II) by Modified K10 Montmorillonite: Influence of pH, Ionic Strength and the Treatment with differnt Cations. *Geoderma*. 237-238: 129-136.
- Santosa, I. 2014. Pembuatan Garam menggunakan Kolam Kedap Air berukuran sama. *Spektrum Industri*. 12(1): 1-112.
- Sen, T., K., C. Khoo. 2013. Adsorption Characteristic of Zinc (Zn²⁺) from Aqueous Solution by Natural Bentonite and Kaolin Clay Minerals: a Comparative Study. *Computational Water, energy, and Environmental Engineering*. 2:1-6.
- Sepehr, M. N., M. Zarrabi, H. Kazemian, A. Amrane, K. Yaghmaian. 2013. Removal of Hardness Agent, Calcium, and Magnesium, by Natural and

- Alkaline Modified Pumic Stones in Single and Binary System. *Applied Surface Science*. 274: 295-305.
- Shahmirzadi, M. A., S. S. Hosseini, N. R. Tan. 2016. Enhancing Removal and Recovery of Magnesium from Aqueous Solution by using Modified Zeolite and Process Optimization. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 33(12): 3529-3540.
- Shalesh, F. J., U. C. Hasan, A. F. Jaaz. 2014. The Effect of Sport Drink on some Functional Variables for Soccer Players. *International Journal of Advanced Research*. 2(2): 868-875.
- Sudiby, A. dan I. Susanti. 2011. Studi Pemanfaatan Air Bittern Sebagai Suplemen dan Pengawetan Produk Pangan. *Hasil Penelitian Industri*. 24(2).
- Sugiyarto, K. H. dan R. D. Suyanti. 2010. *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Svehla, G. 1979. *Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. London: Longman Group Limited. Terjemahan oleh A. Handayana P. dan E. Nugroho. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Edisi ke Lima. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tan, K. H. 1982. *Principle of Soil Chemistry*. New York: Marcel Dekker, Inc. Terjemahan oleh D. H. Goenadi. 1991. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Tanjaya, A., Sudono, N. Indraswati, S. Ismadji. 2006. Pembuatan Bleaching Earth dari Bentonit Pacitan dengan Aktivasi Asam: Karakterisasi dan Kemampuan Bleaching. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*. 5(2): 429-434.
- Tertre, E., D. Prêt, E. Ferage. Influence of the Ionic Strength and Solid/Solution Ratio on Ca(II)-for-Na⁺ Exchange on Montmorillonite. Part 1: Chemical Measurements, Thermodynamic Modelling Potential Implications for Trace Elements Geochemistry. *Journal of Colloid and Interface Science*. 353: 248-256.

- Toor, M., B. Jin, S. Dai, V. Vimonses. 2014. Activating Natural Bentonite as a Cost Effective Adsorbent for Removal of Congo Red in Wastewater. *Journal of industrial and Engineering Chemistry*. 21: 653-661.
- Wieck, T. 2012. Soil Chemistry Equilibrium as Influenced by Solution Volume and Concentration. *Disertasi*. Toward the Degree of Bachelor of Engineering (Agricultural) Faculty of Engineering and Surveying University of Southern Queensland.
- Widyanagari, S. 2008. Penggunaan Adsorben dalam proses Pemurnian Biodiesel Jarak Pagar (*Jatropha curcas Linn*). *Skripsi*. Bogor: Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Wild, A. 1993. *Soils and the Environment*. Cambridge: Cambridge University Press.
- Worch, E. 2012. *Adsorption Technology in Water Treatment Fundamental, processes, and Modeling*. Germany: Walter de Gruyter GmbH & Co. KG, Berlin/Boston.
- Xu, D., X. L. Tan, C. L. Chen, X. K. Wang. 2008. Adsorption of Pb (II) from Aqueous Solution to MX-80 Bentonite: Effect of pH, Ionic Strength, foreign Ion and Temperature. *Applied Clay Science*. 41: 37-46.
- Yang, R.T. 2003. *Adsorbents Fundamental and Applications*. USA: A John Wiley & Sons, Inc., Publication.
- Yang, S., D. Zhao, H. Zhang, S. Lu, L. Chen, X. Yu. 2010. Impact of Environmental Condition on the Sorption Behavior of Pb (II) in Bentonite Suspension. *Journal of Hazardous Materials*. 183: 632-640.
- Yildiz, N., Z. Aktas, A. Calimli. 2004. Sulphuric Acid Activation of a Calcium Bentonite. *Taylor & Francis Group*. 22: 21-33.
- Yuang, P. C. dan Y. H. Shen. 2005. Determination of the Surface Area of Bentonite in Water by Ethylene Oxide Chain Adsorption. *Journal of Colloid and Interface Science*. 285: 443-447.

Zhu, R., Q. Chen, Q. Zhou, Y. Xi, J. Zhu, H. He. 2016. Adsorbent Based on Montmorillonite for Contaminant Removal from Water: a Review. *Applied Clay Science*. 123: 239-258.



LAMPIRAN

Lampiran 3.1 Pembuatan larutan-larutan

3.1.1 Pembuatan larutan H₂SO₄ 2M dari H₂SO₄ pekat 95%

$$\text{Massa jenis H}_2\text{SO}_4 (\rho) = 1,84 \text{ g.mL}^{-1}$$

$$\text{Massa molekul relatif H}_2\text{SO}_4 = 98,08 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$[\text{H}_2\text{SO}_4] \text{ yang diinginkan} = 2\text{M}$$

$$= \frac{2 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

$$\text{Massa H}_2\text{SO}_4 \text{ yang diinginkan} = n \times \text{Mr H}_2\text{SO}_4$$

$$= 2 \text{ mol} \times 98,08 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$= 196,16 \text{ g}$$

Sehingga Massa H₂SO₄ murni yang diinginkan dari H₂SO₄ 95% yaitu

$$196,16 \text{ g} = \frac{95}{100} \times \text{massa larutan H}_2\text{SO}_4$$

$$\begin{aligned} \text{massa larutan H}_2\text{SO}_4 &= \frac{196,16 \text{ g} \times 100}{95} \\ &= 206,48 \text{ g} \end{aligned}$$

Maka, volume H₂SO₄ yang diambil dari H₂SO₄ 95% yaitu

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{dengan } m = \text{massa (gram)} \text{ dan } v = \text{volume (mL)}$$

$$\begin{aligned} v &= \frac{m}{\rho} = \frac{206,48 \text{ g}}{1,84 \text{ g.mL}^{-1}} \\ &= 112,2 \text{ mL} \end{aligned}$$

3.1.2 Pembuatan larutan standar Ca 1, 2, 3, 4, 5 ppm

a. Pembuatan larutan induk Ca 1000 ppm dari CaCl₂ · 2H₂O

$$1000 \text{ ppm} = \frac{1000 \text{ mg}}{1\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1\text{g}}{1000 \text{ mg}} = \frac{0,05 \text{ g}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ Ca}^{2+} = \frac{\text{massa Ca}}{\text{Ar Ca}}$$

$$n \text{ Ca}^{2+} = \frac{0,05 \text{ g}}{40,078 \text{ g.mol}^{-1}}$$

$$n \text{ Ca}^{2+} = 1,2476 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n \text{ Ca}^{2+} = n \text{ CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$1,2476 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{Massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1,2476 \times 10^{-3} \text{ mol} \times \text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1,2476 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 147,02456 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$\text{Massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 0,1834 \text{ gram}$$

Jadi 0,1834 gram $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam labu ukur 1000 mL

- b. Pengenceran larutan induk Ca 1000 ppm menjadi 10 ppm

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

$$1000 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL}}{1000} = 1 \text{ mL}$$

- c. Pengenceran larutan standar Ca 10 ppm menjadi 1, 2, 3, 4, 5 ppm

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL}}{10} = 5 \text{ mL}$$

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL}}{10} = 10 \text{ mL}$$

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{150 \text{ mL}}{10} = 15 \text{ mL}$$

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{200 \text{ mL}}{10} = 20 \text{ mL}$$

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{250 \text{ mL}}{10} = 25 \text{ mL}$$

3.1.3 Pembuatan larutan standar Mg 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ppm

- 1) Pembuatan larutan induk Mg 1000 ppm dari $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$1000 \text{ ppm} = \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} = \frac{0,05 \text{ g}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ Mg}^{2+} = \frac{\text{massa Mg}}{\text{Ar Mg}}$$

$$n \text{ Mg}^{2+} = \frac{0,05 \text{ g}}{24,305 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}$$

$$n \text{ Mg}^{2+} = 2,0572 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n \text{Mg}^{2+} = n \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$2,0572 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{Massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2,0572 \times 10^{-3} \text{ mol} \times \text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2,0572 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 203,30 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$\text{Massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,4182 \text{ gram}$$

Jadi 0,4182 gram $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam labu ukur 1000 mL

- 2) Pengenceran larutan induk Mg 1000 ppm menjadi 10 ppm

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

$$1000 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL}}{1000} = 0,1 \text{ mL}$$

- 3) Pengenceran larutan standar Mg 10 ppm menjadi 1 ppm

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL}}{1000} = 10 \text{ mL}$$

- 4) Pengenceran larutan standar Mg 1 ppm menjadi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ppm

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

$$1 \text{ ppm} \times V_1 = 0,1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL}}{10} = 5 \text{ mL}$$

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

$$1 \text{ ppm} \times V_1 = 0,2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL}}{10} = 10 \text{ mL}$$

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

$$1 \text{ ppm} \times V_1 = 0,3 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{150 \text{ mL}}{10} = 15 \text{ mL}$$

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

$$1 \text{ ppm} \times V_1 = 0,4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{200 \text{ mL}}{10} = 20 \text{ mL}$$

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

$$1 \text{ ppm} \times V_1 = 0,5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{250 \text{ mL}}{10} = 25 \text{ mL}$$

3.1.4 Pembuatan larutan Asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 0,1M

$$0,1 \frac{mol}{L} = \frac{0,025 mol}{0,25L} \times \frac{1L}{1000 mL} = \frac{0,025 mol}{250 mL}$$

$$n = \frac{massa C_6H_8O_7 \cdot H_2O}{Mr C_6H_8O_7 \cdot H_2O}$$

$$massa C_6H_8O_7 \cdot H_2O = n \times Mr C_6H_8O_7 \cdot H_2O$$

$$massa C_6H_8O_7 \cdot H_2O = 0,025 mol \times 210,14 g \cdot mol^{-1}$$

$$massa C_6H_8O_7 \cdot H_2O = 5,2535 gram$$

Jadi 5,2535 gram $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ dilarutkan dalam labu ukur 250 mL

3.1.5 Pembuatan larutan Na_2HPO_4 0,2M

$$0,2 \frac{mol}{L} = \frac{0,05 mol}{0,25 L} \times \frac{1L}{1000 mL} = \frac{0,05 mol}{250 mL}$$

$$n = \frac{massa Na_2HPO_4}{Mr Na_2HPO_4}$$

$$massa Na_2HPO_4 = n \times Mr Na_2HPO_4$$

$$massa Na_2HPO_4 = 0,05 \times 177,99 g \cdot mol^{-1}$$

$$massa Na_2HPO_4 = 8,8995 gram$$

jadi, 8,8995 gram Na_2HPO_4 dilarutkan dalam labu ukur 250 mL

Lampiran 4.1 Penentuan persentase massa bentonit hasil kalsinasi

$$\text{Massa bentonit sebelum kalsinasi } (m_a) = 140,0119 g$$

$$\text{Massa bentonit setelah kalsinasi } (m_b) = 124,8211 g$$

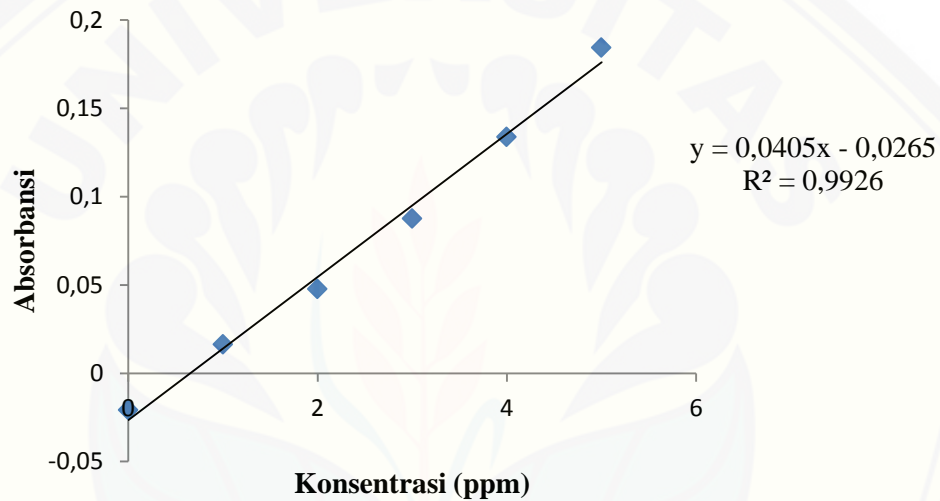
$$\begin{aligned} \text{Persentase penghilangan molekul air} &= \frac{m_a - m_b}{m_a} \times 100\% \\ &= \frac{140,0119 - 124,8211}{140,0119} \times 100\% \\ &= \frac{15,1908}{140,0119} \times 100\% \\ &= 10,8496\% \end{aligned}$$

Lampiran 4.2 Penentuan kurva kalibrasi Ca dan Mg

4.2.1 Kurva kalibrasi Ca

Tabel 1. Data absorbansi Ca dari range konsentrasi 1 sampai 5 ppm

Konsentrasi	Absorbansi
blanko	-0,0208
1	0,0164
2	0,0476
3	0,0875
4	0,1337
5	0,1843

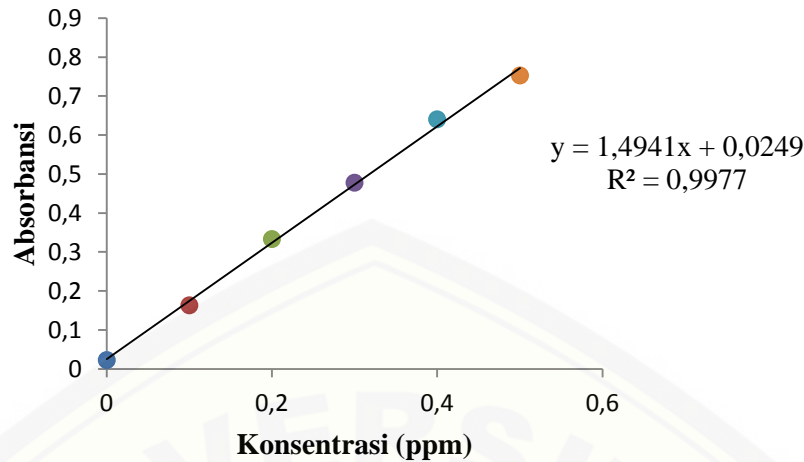


Gambar 1. Kurva kalibrasi Ca pada range konsentrasi 1 sampai 5 ppm

4.2.2 Kurva kalibrasi Mg

Tabel 2. Data absorbansi Mg dari range konsentrasi 0,1 sampai 0,5 ppm

Konsentrasi	Absorbansi
blanko	0,0226
0,1	0,1630
0,2	0,3334
0,3	0,4782
0,4	0,6402
0,5	0,7532



Gambar 2. Kurva kalibrasi Mg pada range konsentrasi 0,1 sampai 0,5 ppm

Lampiran 4.3 Penentuan massa Ca dan Mg awal (m_0) dalam air *bittern*

Tabel 3. Kandungan Ca dan Mg dalam air *bittern* awal (m_0)

Ulangan	Absorbansi		Faktor pengenceran		Konsentrasi (ppm)		Volume (L)	Massa (mg)	
	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg		Ca	Mg
1	0,0472	0,4195	1000	20000	1819,753	5282,110	0,05	90,988	264,105
2	0,0469	0,4251	1000	20000	1812,346	5357,071	0,05	90,617	267,854
3	0,0478	0,4247	1000	20000	1834,568	5351,717	0,05	91,728	267,586
Rerata	0,0473	0,4231	1000	20000	1822,222	5330,299	0,05	91,111	266,515

Penentuan Massa Ca awal (m_0)

$$y = 0,0405x - 0,0265$$

$$0,0473 = 0,0405x - 0,0265$$

$$0,0405x = 0,0473 + 0,0265$$

$$0,0405x = 0,0738$$

$$x = \frac{0,0738}{0,0405} = 1,822222 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi Ca} = 1,822222 \text{ ppm} \times f_p$$

$$= 1,822222 \text{ ppm} \times 1000$$

$$= 1822,222 \text{ ppm}$$

$$\text{Massa Ca} = \text{konsentrasi Ca} \times \text{Volume}$$

$$= 1822,222 \text{ ppm} \times 0,05\text{L}$$

$$= 91,111 \text{ mg}$$

Penentuan Massa Mg awal (m_0)

$$y = 1,4941x + 0,0249$$

$$0,4231 = 1,4941x + 0,0249$$

$$1,4941x = 0,4231 - 0,0249$$

$$1,4941x = 0,3982$$

$$x = \frac{0,3982}{1,4941} = 0,2665149 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi Mg} = 0,2665149 \text{ ppm} \times f_p$$

$$= 0,2665149 \text{ ppm} \times 20000$$

$$= 5330,299 \text{ ppm}$$

$$\text{Massa Mg} = \text{konsentrasi Mg} \times \text{Volume}$$

$$= 5330,299 \text{ ppm} \times 0,05\text{L}$$

$$= 266,515 \text{ mg}$$

Lampiran 4.4 Penentuan persentase massa Ca dan Mg teradsorp (% adsorpsi) pada variasi pH

Ulangan	pH	Absorbansi		Faktor Pengenceran		Konsentrasi (ppm)		Volume Sisa (L)	Massa (mg)		massa teradsorp (mg)		% adsorpsi	
		Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg		Ca	Mg	Ca	Mg		
1	2	0,0256	0,3342	1000	20000	1286,420	4140,285	0,0225	28,944	93,156	62,167	173,359	68,232	65,046
2		0,0399	0,3439	1000	20000	1639,506	4270,129	0,0225	36,889	96,078	54,222	170,437	59,512	63,950
3		0,0351	0,3593	1000	20000	1520,988	4476,273	0,0220	33,462	98,478	57,649	168,037	63,274	63,050
Rata-rata		0,0335	0,3458	1000	20000	1482,305	4295,563	0,0223	33,100	95,934	58,013	170,611	63,673	64,015
1	3	0,0468	0,3179	100	20000	180,988	3922,094	0,0225	4,072	88,247	87,039	178,268	95,530	66,888
2		0,0336	0,2810	100	20000	148,395	3428,151	0,0219	3,250	75,077	87,861	191,438	96,433	71,830
3		0,0357	0,3636	100	20000	153,580	4533,833	0,0210	3,225	95,210	87,886	171,304	96,460	64,276
Rata-rata		0,0387	0,3208	100	20000	160,988	3960,913	0,0218	3,510	86,348	87,595	180,337	96,141	67,665
1	4	0,0352	0,2826	100	20000	152,346	3449,568	0,0225	3,428	77,615	87,683	188,900	96,238	70,878
2		0,0271	0,2792	100	20000	132,346	3404,056	0,0215	2,845	73,187	88,266	193,328	96,877	72,539
3		0,0323	0,3004	100	20000	145,185	3687,839	0,0215	3,121	79,289	87,990	187,226	96,574	70,250
Rata-rata		0,0315	0,2874	100	20000	143,292	3513,821	0,0218	3,128	76,718	87,980	189,818	96,563	71,222
1	5	0,0186	0,2716	100	20000	111,358	3302,322	0,0218	2,428	71,991	88,684	194,524	97,336	72,988
2		0,0209	0,3627	100	20000	117,037	4521,786	0,0226	2,645	102,192	88,466	164,323	97,097	61,656
3		0,0198	0,2835	100	20000	114,321	3461,616	0,0223	2,549	77,194	88,562	189,321	97,202	71,036
Rata-rata		0,0198	0,3059	100	20000	114,239	3761,462	0,0222	2,540	83,630	88,570	182,723	97,211	68,560
1	6	0,1154	0,2263	0	20000	3,504	2695,937	0,0210	0,074	56,615	91,038	209,900	99,919	78,757
2		0,1668	0,2661	0	20000	4,773	3228,700	0,0200	0,095	64,574	91,016	201,941	99,895	75,771
3		0,1388	0,2156	0	20000	4,081	2552,707	0,0185	0,076	47,225	91,036	219,290	99,917	82,281
Rata-rata		0,1403	0,2360	0	20000	4,119	2825,781	0,0198	0,082	56,045	91,030	210,377	99,911	78,936

Keterangan: Massa Ca mula-mula dalam air bittern (m_0) = 91,111 g, sedangkan massa Mg mula-mula = 266,515 g

Contoh penentuan persentase massa Ca dan Mg yang teradsorp pada pH 2

a) Penentuan persentase Ca teradsorp

$$\text{Absorbansi Ca sisa} = 0,0335$$

$$y = 0,0405x - 0,0265$$

$$0,0335 = 0,0405x - 0,0265$$

$$0,0405x = 0,0335 + 0,0265$$

$$0,0405x = 0,0600$$

$$x = \frac{0,0600}{0,0405} = 1,481481 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi Ca} &= 1,481481 \text{ ppm} \times f_p \\ &= 1,481481 \text{ ppm} \times 1000 \\ &= 1482,305 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Ca sisa (} m_f \text{)} &= \text{konsentrasi Ca} \times \text{volume} \\ &= 1482,305 \text{ mg.L}^{-1} \times 0,0223\text{L} \\ &= 33,100 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Ca teradsorp} &= m_0 - m_f \\ &= (91,111 - 33,100) \text{ mg} \\ &= 58,011 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ adsorpsi Ca} &= \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100\% \\ &= \frac{58,011 \text{ mg}}{91,111 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 63,673\% \end{aligned}$$

b) Penentuan persentase Mg teradsorp

$$\text{Absorbansi Mg sisa} = 0,3458$$

$$y = 1,4941x + 0,0249$$

$$0,3458 = 1,4941x + 0,0249$$

$$1,4941x = 0,3458 - 0,0249$$

$$1,4941x = 0,3209$$

$$x = \frac{0,3209}{1,4941} = 0,214778 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi Mg} &= 0,214778 \text{ ppm} \times f_p \\ &= 0,214778 \text{ ppm} \times 20000 \\ &= 4295,563 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Mg sisa} &= \text{konsentrasi Mg} \times \text{volume} \\ &= 4295,563 \text{ mg.L}^{-1} \times 0,0223\text{L} \\ &= 95,934 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Mg teradsorp} &= m_0 - m_f \\ &= (266,515 - 95,934) \text{ mg} \\ &= 170,581 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ adsorpsi Mg} &= \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100\% \\ &= \frac{170,581 \text{ mg}}{266,515 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 64,015\% \end{aligned}$$

Lampiran 4.5 Penentuan persentase massa Ca dan Mg teradsorp (% adsorpsi) pada variasi waktu kontak

Ulangan	Waktu Kontak	Absorbansi		Faktor Pengenceran		Konsentrasi (ppm)		Volume Sisa (L)		Massa (mg)		massa teradsorp (mg)		% adsorpsi	
		Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg
1	10	0,1130	0,2026	100	20000	110,583	3425,23	0,0224	0,0218	2,477	74,670	88,634	191,845	97,281	71,983
2		0,1143	0,1886	100	20000	111,580	3091,061	0,0220	0,0210	2,455	64,912	88,656	201,603	97,306	75,644
3		0,1109	0,1929	100	20000	108,972	3193,699	0,0225	0,0200	2,452	63,874	88,659	202,641	97,309	76,034
	Rata-rata	0,1127	0,1947	100	20000	110,378	3236,663	0,0223	0,0209	2,461	67,754	88,650	198,696	97,299	74,553
1	20	0,1010	0,1757	100	20000	101,380	2783,148	0,0226	0,0224	2,291	62,343	88,820	204,172	97,485	76,608
2		0,1145	0,1730	100	20000	111,733	2718,702	0,0225	0,0216	2,514	58,724	88,597	207,791	97,241	77,966
3		0,1075	0,1670	100	20000	106,365	2575,486	0,0227	0,0219	2,414	56,403	88,697	210,112	97,350	78,837
	Rata-rata	0,1077	0,1719	100	20000	106,493	2692,445	0,0226	0,0220	2,407	59,144	88,705	207,358	97,359	77,804
1	30	0,1154	0,1534	100	20000	112,423	2250,865	0,0218	0,0214	2,451	48,169	88,660	218,346	97,310	81,927
2		0,1070	0,1481	100	20000	105,982	2124,359	0,0220	0,0204	2,332	43,337	88,780	223,178	97,441	83,739
3		0,1018	0,1504	100	20000	101,994	2179,258	0,0224	0,0204	2,285	44,457	88,826	222,058	97,492	83,319
	Rata-rata	0,1081	0,1506	100	20000	106,800	2184,032	0,0221	0,0207	2,357	45,282	88,755	221,194	97,414	82,995
1	40	0,1075	0,1585	100	20000	106,365	2372,598	0,0227	0,0217	2,414	51,485	88,697	215,030	97,350	80,682
2		0,1197	0,1609	100	20000	115,721	2429,884	0,0220	0,0208	2,546	50,542	88,565	215,973	97,206	81,036
3		0,1121	0,1550	100	20000	109,893	2289,056	0,0225	0,0216	2,473	49,444	88,639	217,071	97,286	81,448
	Rata-rata	0,1131	0,1581	100	20000	110,660	2363,05	0,0224	0,0214	2,479	50,491	88,633	216,025	97,281	81,055
1	50	0,1044	0,1554	100	20000	103,988	2298,604	0,0223	0,0224	2,309	51,489	88,803	215,026	97,466	80,681
2		0,1082	0,1692	100	20000	106,902	2627,999	0,0220	0,0220	2,363	57,816	88,749	208,699	97,407	78,307
3		0,0997	0,1687	100	20000	100,383	2616,064	0,0221	0,0219	2,218	57,292	88,893	209,223	97,565	78,503
	Rata-rata	0,1041	0,1644	100	20000	103,758	2513,426	0,0221	0,0221	2,297	55,547	88,815	210,983	97,479	79,164

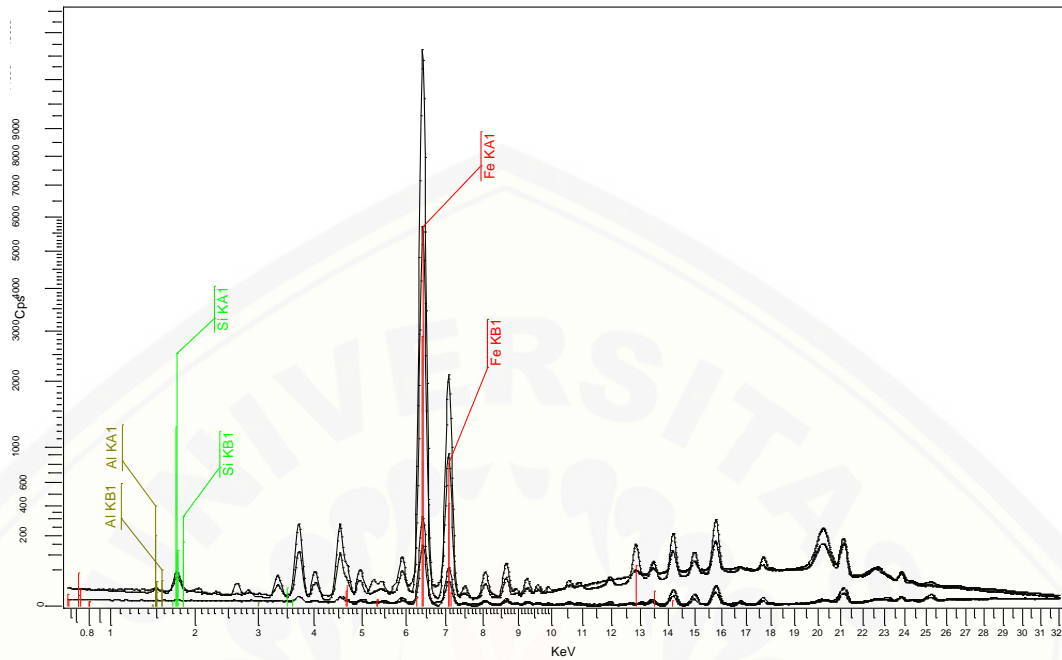
Keterangan: Penentuan persentase adsorpsi Ca dan Mg pada variasi waktu kontak caranya sama seperti pada perhitungan 4.4.1
 Massa Ca mula-mula dalam air bittern (mo) = 91,111 g, sedangkan massa Mg mula-mula = 266,515 g

Lampiran 4.6 Hasil karakterisasi XRF bentonit sebelum dan setelah aktivasi

4.6.1 Komposisi kimia bentonit sebelum dan setelah Aktivasi

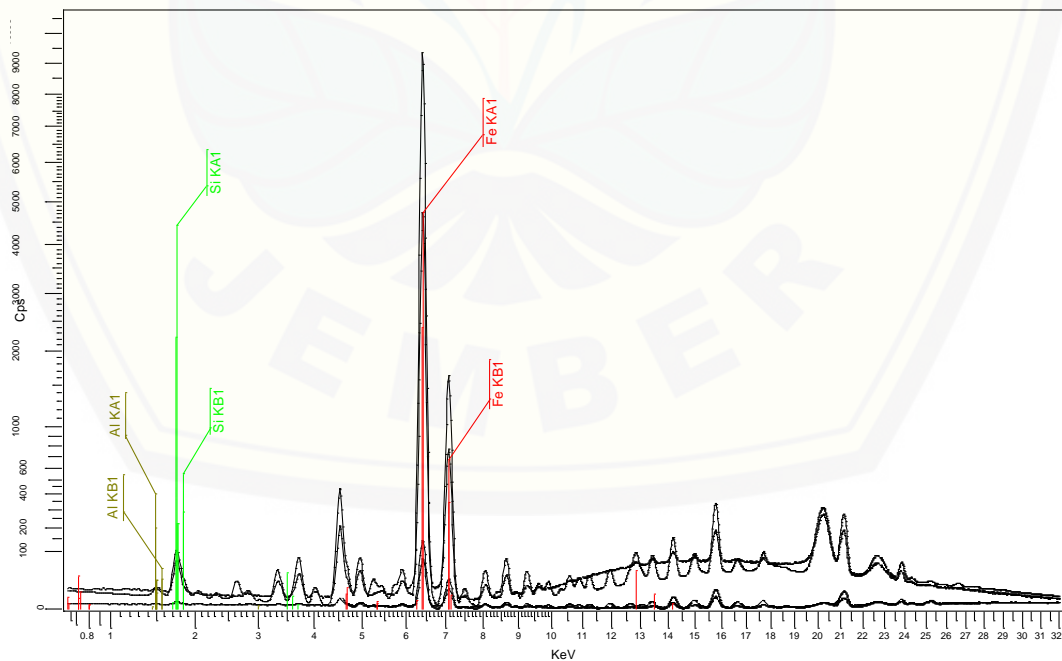
Komposisi kimia	Nomor Atom (Z)	Konsentrasi senyawa-senyawa dalam bentonit sebelum aktivasi (%)	Konsentrasi senyawa-senyawa dalam bentonit setelah aktivasi (%)	Line 1
SiO ₂	14	53,20	72,55	Si KA1/EQ20
Fe ₂ O ₃	26	20,80	8,68	Fe KA1/EQ20
Al ₂ O ₃	13	13,44	10,58	Al KA1/EQ20
CaO	20	4,50	0,88	Ca KA1/EQ20
TiO ₂	22	2,23	2,28	Ti KA1/EQ20
P ₂ O ₅	15	1,55	1,60	P KA1/EQ20
SO ₃	16	1,31	1,19	S KA1/EQ20
Cl	17	1,07	0,95	Cl KA1/EQ20
K ₂ O	19	0,95	0,86	K KA1/EQ20
Nd ₂ O ₃	60	0,20	0,12	Nd LA1/EQ20
MnO	25	0,19	0,05	Mn KA1/EQ20
ZrO ₂	40	0,11	0,06	Zr KA1/EQ20
Pr ₆ O ₁₁	59	0,10	0,03	Pr LA1/EQ20
Cr ₂ O ₃	24	0,05	0,02	Cr KA1/EQ20
ZnO	30	0,05	0,02	Zn KA1/EQ20
SrO	38	0,05	0,01	Sr KA1/EQ20
CuO	29	0,05	0,02	Cu KA1/EQ20
Y ₂ O ₃	39	0,02	0,02	Y KA1/EQ20
SnO ₂	50	0,02	0,02	Sn KA1/EQ20
NiO	28	0,02	0,01	Ni KA1/EQ20
Ga ₂ O ₃	31	0,02	0,01	Ga KA1/EQ20

4.6.2 Spektrum energi sinar-X hasil karakterisasi XRF bentonit sebelum aktivasi



Gambar 5. Spektrum energi sinar-X karakteristik bentonit sebelum aktivasi

4.6.3 Spektrum energi sinar-X hasil karakterisasi XRF bentonit setelah aktivasi



Gambar 6. Spektrum energi sinar-X karakteristik bentonit setelah aktivasi