

**Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi
Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari
Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)**

SKRIPSI

Oleh :
YOGI RIFKI WIJAYANTO
105090209111003-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi
Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari
Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)**

SKRIPSI

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

Oleh :

YOGI RIFKI WIJAYANTO

105090209111003-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi
Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari
Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)**

Oleh :

**Yogi Rifki Wijayanto
105090209111003-92**

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal 30 Januari 2013
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

**Darjito, S.Si, M.Si
NIP. 19700708 199503 1 001**

**Yuniar Ponco P., S.Si, M.Sc
NIP. 19810620 200501 1 002**

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

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Yogi Rifki Wijayanto
NIM : 105090209111003
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

“Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)”

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 30 Januari 2013
Yang menyatakan,

(Yogi Rifki Wijayanto)
NIM. 105090209111003

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

ABSTRAK

Limbah cangkang bekicot mengandung kitin yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben ion logam berat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi kitin terhadap ion Pb(II) dengan cara fosforilasi dan juga mempelajari pengaruh pH, waktu kontak dan konsentrasi larutan terhadap adsorpsi Pb(II) pada kitin terfosforilasi. Kitin diisolasi dari cangkang bekicot melalui proses deproteinasi dan demineralisasi. Kitin difosforilasi dengan asam fosfat dan dinatrium hidrogen fosfat. Penelitian dilakukan dengan variasi pH 2, 3, 4 dan 5 serta variasi waktu kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit. Hasil yang diperoleh yaitu adsorpsi ion Pb(II) secara maksimum pada pH 4 sebesar 86,45% dan waktu kontak selama 60 menit. Kapasitas adsorpsi Pb(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi terjadi pada konsentrasi 175 mg/L sebesar $13,83 \pm 0,04$ mg/g.

Kata kunci : adsorpsi, kitin, fosforilasi, ion Pb(II).

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



The Influence of pH, Interaction Time and Concentration on the Adsorption Pb(II) Using Adsorbent Phosphorylated Chitin of Snail (*Achatina fulica*) Shell Waste

ABSTRACT

Waste snail shells contain chitin that can be used as adsorbent of heavy metal ions. The purpose of this research increase the adsorption capacity of chitin against ion Pb(II) by phosphorylation and also study the effects of pH solution, interaction time and concentrations on the adsorption of Pb(II) on chitin phosphorylated. Chitin was isolated from snail shells through deproteination and demineralization. Phosphorylated chitin with phosphoric acid and disodium hydrogen phosphate. The study was conducted with variation of pH 2, 3, 4 and 5 as well as the variation in contact time 20, 40, 60, 80, 100 and 120 minutes. The results obtained by the maximum adsorption Pb(II) at pH 4 by 86.45% and a 60 minute interaction time. Adsorption capacity Pb(II) by the adsorbent occurs at concentrations of phosphorylated chitin 175 mg/L by $13,83 \pm 0,04$ mg/g.

Keywords: adsorption, chitin, phosphorylation, Pb(II) ions.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur ke hadirat Allah SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul **“Pengaruh pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi pada Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)”**.

Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Darjito, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing I segala pengarahan, perhatian, dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Yuniar Ponco P., S.Si, M.Sc selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan dukungan yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Drs. M. Misbah Khunur, M.Si dan Dr.Sc. Siti Mariyah Ulfa, M.Sc selaku dosen penguji atas segala masukan dan saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas perhatian yang diberikan selama ini.
5. Staf Pengajaran atas semua bantuan yang diberikan.
6. Kedua orang tua, Istri, kakak, adik serta keluarga besar yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian, kasih sayang, dan nasehat, serta dukungan hingga terselesaikannya tugas akhir ini.
7. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2013

Penulis

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kitin	5
2.2 Timbal (Pb)	8
2.3 Limbah Cangkang Bekicot	9
2.4 Adsorpsi	10
2.5 Analisa Gugus Fungsi Kitin dengan Spektrofotometer <i>Infra Red</i> (IR)	12
2.6 Analisa Kadar Pb(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	16

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	19
3.2.1 Bahan – bahan Penelitian	19
3.2.2 Alat – alat Penelitian	19
3.3 Tahapan Penelitian	19

3.4	Prosedur Penelitian	20
3.4.1	Preparasi Adsorben Kitin	20
3.4.2	Proses Deproteinasi	20
3.4.3	Proses Demineralisasi	20
3.4.4	Preparasi Adsorben Kitin Terfosforilasi	21
3.4.5	Pembuatan Kurva Baku Pb ²⁺	22
3.4.6	Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi.....	22
3.4.7	Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi	22
3.4.8	Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada daya adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II).....	23
3.4.9	Rumus Penentuan Jumlah Pb(II) teradsorpsi.....	23
3.5	Analisis Data	24
3.5.1	Uji F dengan Pola RAL pada Taraf Nyata 5%	24
3.5.2	Uji Beda Nyata Terkecil	25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Preparasi Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Bekicot	27
4.2	Preparasi Adsorben Kitin Terfosforilasi	29
4.3	Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi	31
4.4	Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi	32
4.5	Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada Daya Adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II)	34

BAB V PENUTUP

5.1.	Kesimpulan	37
5.2.	Saran	37

DAFTAR PUSTAKA	39
-----------------------------	----

LAMPIRAN	43
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	Struktur Selulosa dan Struktur Kitin	5
Gambar 2.2	Skema Alat Spektrofotometer Infra merah	13
Gambar 2.3	Spektra IR Kitin	15
Gambar 2.4	Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom	16
Gambar 2.5	Proses Serapan dan Pancaran Energi	18
Gambar 3.1	Sketsa Spektra IR	21
Gambar 4.1	Spektra IR Kitin Hasil Penelitian	28
Gambar 4.2	Spektra IR Kitin Terfosforilasi	30
Gambar 4.3	Kurva Hubungan pH terhadap persen Pb^{2+} teradsorpsi.....	31
Gambar 4.4	Kurva Hubungan Waktu Kontak terhadap persen Pb^{2+} teradsorpsi.....	33
Gambar 4.5	Kurva Hubungan Konsentrasi sisa terhadap jumlah $Pb(II)$ teradsorpsi.....	34
Gambar C.1	Kurva Baku Pb^{2+}	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Persentase kitin pada beberapa binatang 6
Tabel 2.2	Spesifikasi kitin 7
Tabel 2.3	Beberapa serapan IR gugus fungsi organik 14
Tabel 3.1	Analisis sidik ragam satu arah 25
Tabel 4.1	Perbandingan Karakteristik Gugus Fungsional Kitin dari Literatur dengan Hasil Pengukuran..... 28
Tabel C.1	Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Baku Pb ²⁺ 51
Tabel E.1	Intensitas dari Puncak Spektra IR..... 53
Tabel F.1	Penentuan pH Optimum 54
Tabel F.2	Penentuan Waktu Kontak Optimum 55
Tabel F.3	Penentuan Konsentrasi Optimum 56
Tabel H.1	Data Variasi pH 59
Tabel H.2	Analisa Ragam pada Penentuan pH Optimum..... 61
Tabel H.3	Uji Beda Nyata Terkecil pada Variasi pH 61
Tabel H.4	Data Variasi Waktu Kontak 62
Tabel H.5	Analisa Ragam pada Penentuan Waktu Kontak 63
Tabel H.6	Uji Beda Nyata Terkecil pada Penentuan Waktu Kontak Optimum 64
Tabel H.7	Data Variasi Konsentrasi 65
Tabel H.8	Analisa Ragam pada Penentuan Konsentrasi..... 67
Tabel H.9	Uji Beda Nyata Terkecil pada Penentuan Konsentrasi Optimum..... 68

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	Diagram Alir Penelitian 43
Lampiran B	Skema Kerja 44
Lampiran C	Preparasi Larutan..... 49
Lampiran D	Perhitungan Rendemen Hasil Penelitian 52
Lampiran E	Perhitungan Derajat Deasetilasi (DD) 52
Lampiran F	Data Hasil Penelitian 54
Lampiran G	Contoh Perhitungan Data 57
Lampiran H	Uji Statistik 59



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam berat merupakan suatu jenis unsur yang dapat membahayakan kehidupan jika konsentrasinya melebihi ambang batas yang telah ditentukan. Limbah industri dan pertambangan merupakan sumber utama polutan logam berat. Kadar logam berat yang melebihi ambang batas bersifat karsinogenik dan teratogenik. Menurut Darmono [1] logam berat yang biasanya ditemukan sebagai zat pencemar adalah logam berat yang mudah terionisasi dan larut dalam air, seperti timbal (Pb).

Timbal merupakan salah satu logam berat yang dapat menurunkan kualitas air. Dalam kadar yang tinggi logam tersebut dapat mengganggu sistem saraf, organ dan sistem organ. Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No. 51/Men LH/10/1998 tentang baku mutu limbah cair bagi kegiatan industri ambang batas logam timbal (Pb) adalah 0,1-1 mg/L. Pb relatif dapat terlarut dalam air dengan pH < 5 dimana air yang bersentuhan dengan timbal dalam suatu periode waktu dapat mengandung > 1 $\mu\text{g Pb/dm}^3$, sedangkan batas kandungan dalam air minum adalah 50 $\mu\text{g Pb/dm}^3$ [2].

Cabuk, dkk dalam Sunarya [3] menyatakan berbagai usaha dilakukan untuk mengatasi pencemaran logam berat ini, diantaranya dengan metode fisika kimia seperti presipitasi kimia, osmosis balik, pertukaran ion dan bioreduksi. Akan tetapi, metode tersebut mahal dan tidak efektif terutama pada konsentrasi 1-100 ppm. Sebagai alternatif dapat dilakukan dengan metode adsorpsi. Proses adsorpsi mempunyai peranan penting untuk menghilangkan logam berat seperti timbal dari air limbah. Keunggulan dari teknik adsorpsi dibanding metode yang lain yaitu paling efektif, efisien dan tidak menimbulkan racun.

Metode adsorpsi umumnya berdasar interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang ada pada permukaan adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang kaya gugus fungsional seperti -OH, -NH, -SH dan -COOH [4]. Salah satu padatan yang kaya akan gugus fungsi tersebut adalah kitin. Kitin memiliki gugus hidroksil dan amida yang reaktif sehingga cukup baik digunakan sebagai adsorben.

Cangkang bekicot merupakan salah satu sumber dari kitin. Bekicot tergolong dalam hewan lunak (*mollusca*) dari kelas *gastropoda*. Santoso [5] membedakan bekicot berdasarkan jenisnya menjadi empat yakni, *Achatina variegata*, *Achatina fullica*, *Helix pomatia* dan *Helix aspersa* sedangkan dua jenis terakhir tidak ditemukan di Indonesia. Bekicot di Indonesia telah dibudidayakan sebagai sumber protein dan menjadi komoditas ekspor. Ekspor bekicot pada tahun 1983 baru mencapai 245.359 kg, sedangkan pada tahun 1987 naik sekitar tujuh kali lipat menjadi 1.490.296 kg. Besarnya pertumbuhan perdagangan ini menyebabkan timbulnya limbah cangkang bekicot dalam jumlah yang cukup besar. Agar diperoleh produk yang bernilai ekonomis sekaligus dapat mengatasi penumpukan limbah cangkang bekicot maka dilakukan isolasi kitin yang terdapat pada cangkang bekicot.

Kitin merupakan bahan organik utama yang didapat dari isolasi kulit dan kepala hewan berkulit keras (*Crustacea*), insekta, fungi, mollusca dan anthroponoda dengan cara deproteinasi dan demineralisasi [6]. Rahayu dan Purnavita pada tahun 2007 [7] menyatakan bahwa di alam, kitin yang berupa polimer amida bergabung dengan senyawa lain seperti protein, senyawa anorganik (CaCO_3) dan pigmen. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses demineralisasi dan deproteinasi untuk mengisolasi kitin.

Kitin memiliki beberapa keunggulan dibanding kitosan. Proses pembuatan kitin lebih sederhana bila dibandingkan dengan kitosan, dimana hanya melalui proses demineralisasi dan deproteinasi sedangkan kitosan perlu melalui proses deasetilasi. Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi kitin, dapat dilakukan dengan memodifikasi gugus hidroksil melalui reaksi xanthanasi dan fosforilasi seperti dilaporkan oleh Kim, dkk [8]. Reaksi fosforilasi diharapkan akan meningkatkan gugus fosfor pada kitin sehingga dapat meningkatkan situs negatifnya yang juga akan mempermudah terjadinya peningkatan ikatan elektrostatik dengan ion logam.

Sebagaimana yang telah disampaikan Sawyer dan Mc Carty pada tahun 1978 [9] proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu luas permukaan, sifat adsorbat, konsentrasi adsorbat, pH larutan, waktu kontak dan temperatur. Pada penelitian kali ini akan dipergunakan tiga parameter yaitu pH larutan, waktu kontak dan konsentrasi adsorbat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu :

1. Bagaimana pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi ion Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi?
2. Bagaimana pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi ion Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi?
3. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi ion Pb(II) terhadap daya adsorpsi adsorben kitin terfosforilasi?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sumber kitin berasal dari cangkang bekicot (*Achatina fulica*).
2. Variasi pH larutan meliputi pH 2, 3, 4 dan 5.
3. Variasi waktu kontak meliputi 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit.
4. Variasi konsentrasi larutan meliputi 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 dan 200 ppm.
5. Metode yang digunakan adalah metode batch pada suhu 100°C dengan kecepatan 125 rpm.
6. Ukuran adsorben yang digunakan berkisar antara 120-150 mesh.

1.4 Tujuan Penelitian

Berdasar perumusan masalah yang telah dikemukakan diatas, maka penelitian ini bertujuan :

1. Menentukan pengaruh pH larutan terhadap adsorpsi ion Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi.
2. Menentukan pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi ion Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi.
3. Menentukan pengaruh variasi konsentrasi ion Pb(II) terhadap daya adsorpsi adsorben kitin terfosforilasi.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh pH, waktu kontak dan variasi konsentrasi pada proses adsorpsi ion Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi serta informasi tentang alternatif peningkatan kemampuan dari adsorben kitin.

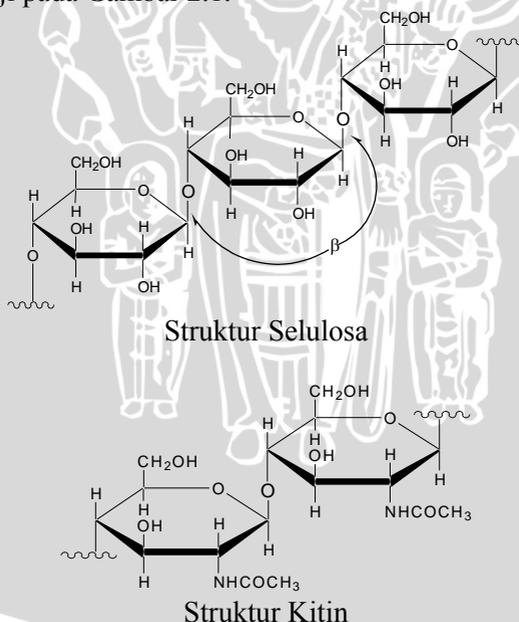
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kitin

Kitin merupakan salah satu sumber alam polisakarida yang terbesar jumlahnya setelah selulosa. Kitin adalah satu polimer anhidro N-asetil- D-glukosamin, mempunyai massa molekul relatif besar yaitu sekitar $1,2 \cdot 10^6$ gram/mol. Kitin mempunyai rumus kimia $(C_8H_{13}NO_5)_n$ dengan struktur $[\beta-(1,4)\text{-2-asetamida-2-deoksi-D-glukosa}]_n$ didapat dari isolasi kulit dan kepala hewan berkulit keras (*Crustacea*), serangga dan jamur dengan cara deproteinasi dan demineralisasi [7]. Analisis dengan sinar x mengindikasikan bahwa struktur kitin mirip dengan selulosa. Menurut Pujiastuti dalam Astuti [10] perbedaan kitin dan selulosa terletak pada adanya gugus 2-asetil amino pada unit glukosa. Saraswathy, dkk dalam Astuti [10] menyatakan analisis kitin dengan Spektroskopi Infra Merah menunjukkan adanya serapan pada 1671 cm^{-1} yang merupakan serapan dari gugus amina terasetilasi. Struktur selulosa dan kitin seperti tersaji pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur selulosa dan struktur kitin

Kitin memiliki gugus hidroksil dan amida yang reaktif. Saat pemanasan, kitin cenderung untuk terdekomposisi daripada meleleh sehingga polimer ini tidak memiliki titik leleh. Kitin berbentuk kristal, mudah terdegradasi secara biologis, tidak larut dalam air, larutan basa encer dan pekat, larutan asam-asam organik dan anorganik encer, akan tetapi larut dalam larutan asam-asam pekat seperti HCl, H₂SO₄, HNO₃ dan HCOOH anhidrat. Mudah tidaknya kitin terlarut sangat tergantung pada derajat kristalisasi, karena hanya β-kitin yang terlarut dalam asam formiat anhidrous. Sifat kelarutan, derajat berat molekul, kelengkapan gugus asetil berbeda-beda menurut sumber bahan dan metode yang diterapkan [11].

Cangkang kering arthropoda rata-rata mengandung 20-50% kitin [12]. Kitin juga diketahui terdapat pada kulit siput, kepiting, kerang, dan bekicot. Kitin merupakan polimer alamiah yang dapat di temukan di alam berbeda-beda tergantung pada sumbernya [13]. Hal ini dapat dilihat dari data pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Persentase kitin pada beberapa binatang

Sumber	% Kitin
Jamur	5-20%
Cacing	3-20%
Gurita	30%
Laba-laba	38%
Kalajengking	38%
Kecoa	35%
Kumbang air	37%
Ulat sutera	44%
Hermit crab	69%
Kepiting	71%
Udang	20-30%

Kitin diperoleh dengan melakukan sejumlah proses pemurnian. Proses isolasi kitin terdiri dari dua tahap utama, yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Deproteinasi bertujuan untuk menghilangkan protein yang terdapat pada cangkang. Tahap ini dilakukan dengan menambahkan NaOH pada konsentrasi rendah sehingga terbentuk Na-proteanat yang larut dalam air. Tahap demineralisasi dilakukan untuk memurnikan kitin dari mineral-

mineral yang terkandung dalam cangkang. Tahap ini dilakukan dengan menambahkan HCl encer. Menurut Beaulieu dalam Astuti [10] protein dihilangkan dengan menambahkan NaOH (1-10%) pada suhu (85-100 °C), sedangkan demineralisasi dilakukan dengan menambahkan HCl (1-10%) pada suhu kamar.

Spesifikasi kitin secara umum dapat dilihat pada Tabel 2.2 [13].

Tabel 2.2 Spesifikasi Kitin

Spesifikasi	Keterangan
Kadar air	2-10% pada keadaan normal
Nitrogen	6-7%
Derajat deasetilasi	Umumnya □ 60%
Abu pada suhu 900°C	Umumnya 10%
Konstanta disosiasi K1	6 - 7%
Asam amino	Glisin,serin dan asam aspartat
Karotenoid	Tidak selalu ada

Muzzarelli [13] menjelaskan, berdasarkan susunan N-asetilglukosamin, kitin dapat dibedakan menjadi α -kitin (antiparalel), β -kitin (paralel), dan γ -kitin (antiparalel-paralel). α -kitin memiliki susunan N-asetilglukosamin yang lebih rapat dan lebih banyak dijumpai di alam. α -kitin terdapat pada kutikula arthropoda dan fungi tertentu. β -kitin memiliki susunan N-asetilglukosamin yang tidak rapat dan banyak dijumpai pada diatom (alga). γ -kitin merupakan gabungan dari α -kitin dan β -kitin. γ -kitin tersusun dari N-asetilglukosamin yang rapat dan N-asetilglukosamin yang tidak rapat. γ -kitin dapat dijumpai pada kumbang *Ptinus tectus* dan *Rhynchaenus fagi*.

Patil dkk. [14] menyatakan bahwa senyawa homopolisakarida tidak bercabang yang terdiri dari N-asetilglukosamin, dimana monomer-monomer N-asetilglukosamin dihubungkan oleh ikatan β - 1,4 glikosida disebut dengan kitin. Kitin terdistribusi luas di alam baik sebagai komponen struktural dinding sel fungi maupun eksoskeleton arthropoda, nematode dan mollusca. Kitin yang terdapat dalam organisme tertentu umumnya berikatan dengan polimer lainnya seperti glukan dan protein. Kitin mengalami biodegradasi melalui mekanisme dengan melibatkan kompleks enzim.

2.2 Timbal (Pb)

Timbal atau dikenal sebagai logam Pb dalam susunan unsur merupakan logam yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami termasuk letusan gunung berapi dan proses geokimia. Timbal juga berasal dari kegiatan manusia bahkan mampu mencapai jumlah 300 kali lebih banyak dibanding Pb alami yang terdapat dalam kerak bumi [15].

Timbal merupakan logam berat yang lunak dan berwarna kehitaman, serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Timbal tergolong logam berat yang sangat beracun, dapat dideteksi secara praktis pada seluruh benda mati dilingkungan dan seluruh sistem biologis. Pada pertambangan, timbal ditemukan sebagai sulfida logam berat (PbS) yang sering disebut galena. Timbal yang masuk ke perairan alami berada dalam bentuk Pb^{2+} [16].

Timbal bersifat toksik jika dikonsumsi sekitar 0,2 - 2,0 mg/hari. Pemasukan 2,5 mg Pb/hari akan memerlukan waktu hampir 4 tahun untuk menjadi toksik, sedangkan pemasukan 3,5 mg Pb/hari akan bersifat toksik dalam beberapa bulan saja [1]. Menurut WHO toleransi bagi orang dewasa adalah $50\mu\text{g}/\text{kg}$ bobot badan. Timbal dapat menyebabkan kerusakan pada beberapa sistem organ diantaranya adalah sistem homopoietik, hemotologik, hemetotoksik, sistem saraf pusat dan tepi, ginjal, sistem kardiovaskuler, sistem gastrointestinal, sistem reproduksi, dan sistem endokrin [1].

Timbal memiliki titik lebur rendah, mudah dibentuk dan memiliki sifat kimia yang aktif sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan (korosi). Timbal mempunyai nomor atom terbesar dari semua unsur yang stabil yaitu 82, titik leleh pada $328\text{ }^{\circ}\text{C}$, titik didih $1.740\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan memiliki gravitasi 11,34 dengan berat atom 207,20 [15].

Logam Pb banyak digunakan pada industri baterai, kabel, cat (sebagai zat pewarna), penyepuhan, pestisida, dan yang paling banyak digunakan sebagai zat antiletop pada bensin. Pb juga digunakan sebagai zat penyusun patri atau solder dan sebagai formulasi penyambung pipa yang mengakibatkan air untuk rumah tangga mempunyai banyak kemungkinan kontak dengan Pb [1].

Senyawa timbal yang ada dalam badan perairan dapat ditemukan dalam bentuk ion-ion divalen dan tetravalen (Pb^{2+} dan Pb^{4+}). Apabila ion ini masuk kedalam perairan dengan jumlah yang

berlebihan atau kadar yang semestinya, maka akan dapat menyebabkan kematian pada biota perairan. Konsentrasi timbal yang mencapai 188 mg/L dapat membunuh ikan-ikan. *Crustacea* akan mengalami kematian setelah 245 jam bila badan perairan mengandung timbal dengan konsentrasi 2,75-49 mg/L [17].

Timbal dalam tubuh berikatan dengan gugus -SH dalam molekul protein yang menyebabkan hambatan pada aktifitas kerja sistem enzim. Timbal mengganggu sistem sintesis Hb dengan jalan menghambat konversi delta asam aminolevulinat (delta-ALA) menjadi fosfobilinogen dan juga menghambat korporasi dari Fe kedalam protoforfirin IX untuk membentuk Hb dengan cara menghambat enzim delta asam aminolevulinat dehidratase (delta-ALAD) dan feroketalase. Hal ini meningkatkan ekskresi koproporfirin dalam urin dan delta-ALA serta menghambat sintesis Hb [16].

2.3 Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

Bekicot merupakan golongan hewan lunak (*mollusca*) yang termasuk dalam kelas *gastropoda*. Badannya lunak dan dilindungi oleh cangkang yang keras. Jenis hewan ini tersebar di laut, air tawar dan daratan yang lembab. Bekicot biasa disebut keong racun atau keong gondang yang merupakan hewan sejenis siput (keong), kerang dan tiram. Bekicot adalah hewan malam karena semua kegiatannya dilakukan pada malam hari, kecuali bila mereka berada pada tempat gelap dan teduh. Biasanya pada siang hari bekicot selalu menyembunyikan dirinya di dalam cangkangnya untuk istirahat atau tidur [5].

Menurut Santoso [5] ciri-ciri umum bekicot (*Achatina fulica*) adalah mempunyai cangkang yang tidak begitu mencolok dan bentuk cangkang cenderung meruncing, berat badan antara 150-200 gram atau lebih, dengan ukuran badan antara 90-130 mm dan telur sekitar 100-300 butir dengan 4 sampai 5 kali bertelur.

Bekicot berhabitat di tempat-tempat yang lembab terutama di sekitar tumbuh-tumbuhan sebagai tempat berlindung pada siang hari. Di beberapa wilayah di Eropa, Asia dan Afrika, bekicot dijadikan sebagai makanan, yang dikenal sebagai *escargot* di Perancis dan *caracois* di Portugal. Spesies bekicot yang banyak terdapat di Eropa adalah *Helix pomatia* yang disebut *Burgundy snail* dan *Helix aspersa* yang disebut *European brown garden snail*. Spesies yang banyak

tersebar di Afrika dan Asia, khususnya Indonesia adalah *Achatina fullica* [5].

Prihatman dalam Astuti [10] menyatakan bahwa besarnya manfaat dan pertumbuhan perdagangan ini menyebabkan timbulnya limbah cangkang bekicot dalam jumlah yang cukup besar. Selain dapat dimanfaatkan untuk makanan tambahan bagi ternak seperti itik dan ayam, bekicot juga banyak dipakai untuk obat tradisional. Daging dan lendirnya mujarab untuk pengobatan abortus, sakit saat menstruasi, gatal-gatal, jantung, sakit gigi, dan radang selaput mata. Sedangkan kulitnya mujarab untuk obat tumor. Maulie adalah obat dari kulit bekicot untuk mengobati kekejangan, jantung berdebar, insomnia, keputihan dan leher bengkak. Daging bekicot kaya akan protein. Cangkang bekicot kaya kalsium, dan dalam daging tersebut masih banyak mengandung asam amino.

Cangkang bekicot terbuat dari kalsium karbonat yang dibagian luarnya dilapisi periostrakum dan zat tanduk [18]. Kalsium karbonat tersebut berada dalam bentuk kristalnya yaitu sebagai kalsit dan aragonit [19]. Menurut beratnya, kalsium karbonat mengandung 40% kalsium. Jika dilihat dari kandungannya, terdapat sekitar 36,1% kalsium dan 0,14% fosfor didalam cangkang bekicot [20].

Peningkatan ekspor dan juga banyaknya industri pengolahan bekicot menyebabkan banyaknya limbah cangkang bekicot yang dihasilkan. Selama ini limbah tersebut belum dimanfaatkan, biasanya hanya dibuang begitu saja atau dimanfaatkan sebagai campuran makanan ternak.

2.4 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan suatu proses dimana ion atau molekul berada dalam satu fasa yang cenderung memadat dan terkonsentrasi pada permukaan fasa lain [9]. Dalam adsorpsi, zat yang diserap disebut adsorbat sedangkan zat yang menyerap disebut adsorben. Adsorben adalah zat yang mempunyai sifat mengikat molekul pada permukaannya dan sifat ini menonjol pada padatan berpori. Syarat yang harus dipenuhi oleh adsorben antara lain mempunyai luas permukaan yang besar, mempunyai pori, dan tidak bereaksi dengan adsorbat. Adsorben pada umumnya dapat berupa granulat atau serbuk [21].

Secara garis besar adsorpsi dapat dibagi menjadi dua, yaitu adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisik adalah adsorpsi

yang disebabkan oleh gaya interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan yang dipengaruhi oleh gaya Van der Waals [22]. Adsorpsi fisik biasanya bersifat reversibel (dapat balik), sehingga mudah dilepaskan kembali dengan adanya penurunan konsentrasi larutan. Dalam hal ini, adsorbat diikat dengan relatif lemah pada bagian adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian lain dan dapat diganti oleh adsorbat lain [9].

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang terjadi dalam molekul-molekul zat padat yang diserap pada permukaan dengan melibatkan pembentukan ikatan dan reaksi kimia di dalamnya dan mengakibatkan zat teradsorpsi lebih kuat pada permukaan adsorben. Adsorpsi kimia melibatkan ikatan valensi sebagai hasil pemakaian elektron bersama oleh adsorbat dan adsorben. Adsorbat yang teradsorpsi oleh proses kimia umumnya sangat sulit untuk diregenerasi [9].

Proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat interaksi kimia dan fisika menggambarkan suatu proses adsorpsi. Terdapat empat tahapan yang terjadi pada proses adsorpsi seperti yang diungkapkan oleh Reynolds [23] yaitu:

1. Transfer molekul – molekul adsorbat menuju lapisan film yang mengelilingi adsorben
2. Difusi adsorbat melalui lapisan film
3. Difusi adsorbat melalui kapiler atau pori – pori dalam adsorben
4. Adsorpsi adsorbat pada dinding kapiler atau permukaan adsorben (proses adsorpsi sebenarnya)

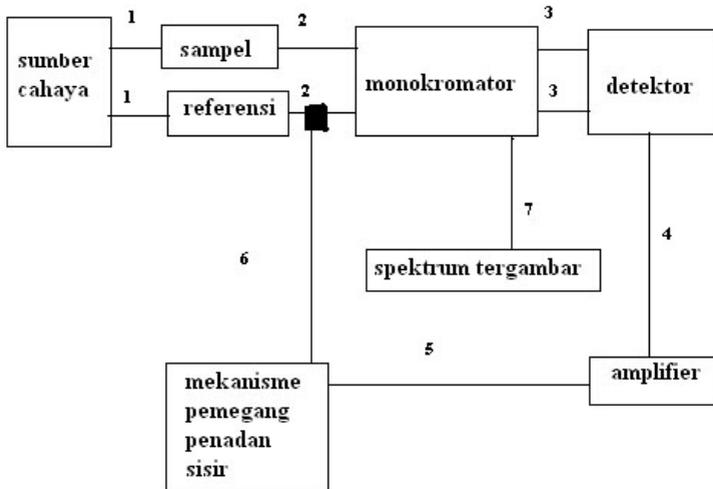
Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi, antara lain:

1. Luas permukaan
Luas permukaan berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Makin besar luas permukaan makin besar pula adsorpsi yang terjadi, sehingga semakin banyak jumlah adsorbat yang terserap [24].
2. Sifat adsorbat
Makin besar kelarutannya, maka ikatan antara zat terlarut dengan pelarut makin kuat sehingga adsorpsi akan semakin kecil karena sebelum adsorpsi terjadi diperlukan energi yang besar untuk memecah ikatan zat terlarut dengan pelarut [25].

3. Konsentrasi adsorbat
Pada umumnya, adsorpsi akan meningkat dengan kenaikan konsentrasi adsorbat. Adsorpsi akan tetap jika terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan [9].
4. pH larutan
pH merupakan salah satu faktor yang paling menentukan pada peristiwa adsorpsi, karena pH dapat mempengaruhi muatan pada permukaan adsorben sehingga mengubah kemampuannya untuk menyerap senyawa organik dalam bentuk ion [9].
5. Waktu kontak
Waktu kontak yang cukup diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi, dimana pada saat kesetimbangan maka akan terjadi adsorpsi yang tetap [9]. Kecepatan adsorpsi dipengaruhi oleh difusi pori yang tergantung pada waktu kontak dalam sistem. Waktu kontak yang relatif lama menyebabkan difusi pori maksimum [25].
6. Temperatur
Adsorpsi akan bertambah dengan berkurangnya temperatur. Dengan kata lain, proses adsorpsi akan berjalan optimal pada temperatur yang rendah [24].

2.5 Analisa Gugus Fungsi Kitin dengan Spektrofotometer Infrared (IR)

Spektroskopi infra merah sangat penting dalam kimia modern, terutama dalam daerah organik spektrofotometer merupakan alat rutin untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran [26]. Atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan selalu bervibrasi. Frekuensi vibrasi ikatan tertentu bersifat khas dan spesifik sehingga memungkinkan pendeteksian jenis ikatan atau gugus fungsi dalam molekul [27].



Gambar 2.2 Skema alat spektrofotometer infra merah

Secara umum, bagian pokok dari spektrofotometer inframerah adalah sumber cahaya inframerah, monokromator dan detektor seperti terlihat pada skema Gambar 2.2. Sumber radiasi yang sering digunakan adalah bahan yang sukar mencair, *Nernst glower* dan *Globar*. *Nernst glower* merupakan tabung hampa dari Zirkonium dan Yttrium oksid yang dipanaskan dan mempunyai suhu operasi antara 750 hingga 1200°C. *Nernst glower* lebih baik dibandingkan *Globar*, tetapi karena suhu operasinya lebih tinggi maka waktu hidupnya lebih pendek, sedangkan *globar* tidak dapat dioperasikan pada suhu-suhu yang lebih tinggi sehingga tidak mengurangi waktu hidupnya karena sifatnya yang mudah teroksidasi [28].

Prinsip kerja dari spektrofotometer infra merah adalah apabila sumber cahaya infra merah dilewatkan pada suatu sampel, maka sejumlah frekuensi akan diserap dan frekuensi yang lain akan diteruskan. Penyerapan radiasi IR yang dapat diserap oleh senyawa organik akan meningkatkan amplitudo gerakan vibrasi rentangan (stretching) dan vibrasi bengkokan atau bending, dimana vibrasi disebabkan oleh 2 molekul yang bergerak saling mendesak / menjauh. Dengan membandingkan energi serapan IR suatu ikatan dalam molekul spektra IR, maka dapat diinterpretasikan senyawa

tersebut dengan mengidentifikasi gugus – gugus yang terkandung didalam senyawa tersebut [29].

Daerah dimana vibrasi terjadi dapat diperkirakan berdasarkan hukum Hooke pada persamaan 2.1.

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{f \frac{m_1+m_2}{m_1m_2}} \quad (2.1)$$

Dimana, v = bilangan gelombang (cm^{-1})

c = kecepatan cahaya (cm^{-1})

m_1 = massa atom 1 (g)

m_2 = massa atom 2 (g)

f = tetapan gaya ($\text{dyne cm}^{-1} \text{ g det}^{-1}$)

Walaupun spektra infra merah suatu molekul poli atom sangat rumit untuk dianalisis dalam setiap adsorpsi, gugus fungsional untuk suatu molekul tampak pada daerah-daerah yang agak spesifik, seperti misalnya ikatan C-C, C-N, dan CO biasanya terletak pada daerah 800-1300 cm^{-1} sementara ikatan C=C, C=N, dan C=O biasanya terletak pada daerah 1500-1900 cm^{-1} . Beberapa serapan absorbansi infra merah gugus fungsi organik ditunjukkan pada Tabel 2.3 [27].

Tabel 2.3 Beberapa serapan IR gugus fungsi organik

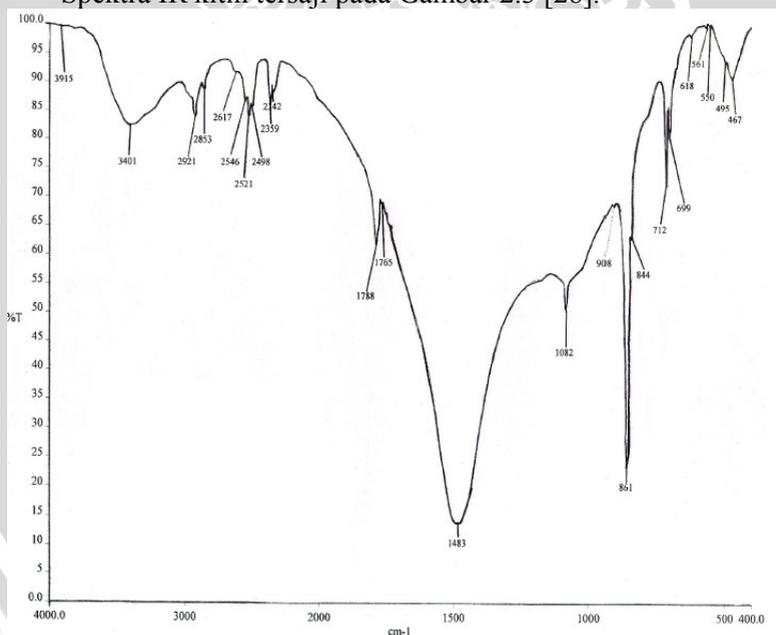
No	Ikatan	Daerah absorbansi (cm^{-1})
1	C-C, C-N, CO	800-1.300
2	C=C, C=N, C=O	1.500-1.900
3	C=C, C=N	2.000-2.300
4	C-H, N-H, O-H	2.850-3.650

Untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa organik, baik cair maupun padat, dapat digunakan beberapa teknik, salah satunya adalah dengan spektrofotometri IR. Identifikasi dilakukan dengan cara meneteskan sampel cair pada sepasang plat NaCl atau KBr. Sampel yang akan diidentifikasi tidak boleh mengandung air karena baik NaCl maupun KBr merupakan garam yang larut dalam air. Sedangkan untuk mengidentifikasi sampel dalam bentuk padat, digunakan pelet KBr dan Nujol Mull. Untuk pelet KBr, sampel padat digerus bersama-sama dengan KBr dengan tekanan tinggi

membentuk suatu matriks kemudian diidentifikasi. Sementara untuk nujol mull, sampel padat digerus bersama-sama dengan minyak organik (Nujol) untuk membentuk suatu suspensi kemudian suspensi ini diletakkan di tengah-tengah plat garam lalu diidentifikasi [30].

Serapan inframerah berkaitan dengan getaran molekul atau atom, dan hanya radiasi dengan frekuensi yang sama dengan frekuensi getaran tersebut yang akan diserap. Atom dan molekul dalam suatu senyawa beresilasi atau bergetar dengan frekuensi sekitar 10^{13} - 10^{14} hitungan per detik. Frekuensi ini bersesuaian dengan frekuensi radiasi inframerah, oleh karena itu radiasi inframerah dapat diserap oleh getaran molekul yang interaksi tersebut diikuti oleh perubahan momen dari kutub (dipol). Getaran yang cepat dari atom-atom menghasilkan perubahan yang cepat dalam momen dipol dan serapan radiasi inframerah berjalan intensif. Sebaliknya, getaran yang lemah dari atom-atom menghasilkan perubahan yang lambat dalam momen dipol dan akibatnya serapan radiasi inframerah relatif lemah [27].

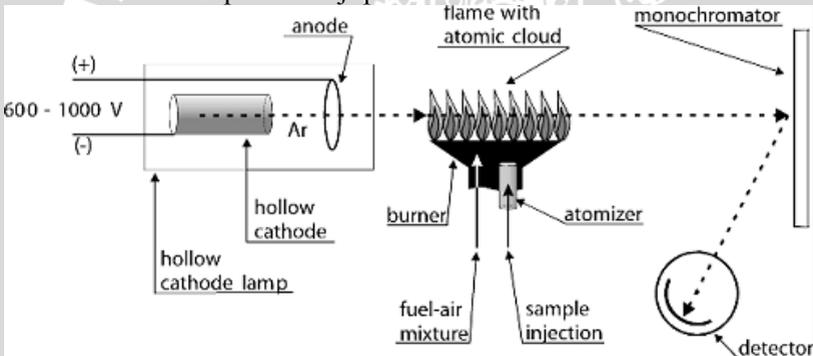
Spektra IR kitin tersaji pada Gambar 2.3 [28].



Gambar 2.3 Spektra IR Kitin

2.6 Analisa Kadar Pb(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer Serapan Atom merupakan salah satu metode analisis kimia untuk menentukan kadar unsur-unsur logam dan semi logam yang terdapat dalam sampel (terutama pada kadar yang rendah: ppm, ppb). Bila suatu berkas sinar (radiasi elektromagnetik) berinteraksi dengan materi maka sinar tersebut akan mengalami beberapa kemungkinan, yaitu sinar tersebut sebagian diteruskan (emisi), diserap (absorpsi), dipancarkan (fluoresensi) atau dihamburkan (scattering). Metode analisis kimia yang didasarkan atas pengukuran banyaknya radiasi elektromagnetik yang diserap oleh materi disebut metode spektroskopi absorpsi. Jika materi menyerap radiasi elektromagnetik tersebut berupa atom maka metode tersebut disebut spektroskopi serapan atom [27]. Adapun skema alat AAS seperti tersaji pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Skema alat Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometer serapan atom terdiri dari lima komponen dasar, yaitu sumber cahaya, sistem pengataman, monokromator, detektor dan rekorder. Adapun komponen dasar tersebut akan dijelaskan sebagai berikut [26]:

a. Sumber radiasi

Sumber radiasi yang paling banyak digunakan untuk pengukuran secara spektroskopi absorpsi atom adalah lampu katoda cekung (*hollow cathode lamp*), yang terdiri dari anoda tungsten (bermuatan positif) dan katoda silindris (bermuatan negatif), dimana kedua elektroda tersebut (katoda dan anoda) berada di dalam sebuah tabung gelas yang berisi gas neon (Ne) atau gas argon (Ar) dengan tekanan 1 sampai 5 Torr.

b. Sistem pengatoman

Sistem pengatoman merupakan piranti (device) untuk merubah materi menjadi atom-atom bebas. Karena umumnya atom-atom berada dalam keadaan berikatan pada suhu rendah, maka biasanya melibatkan suhu tinggi.

c. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk mengisolasi salah satu garis resonansi dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan oleh lampu katoda cekung. Peralatan yang digunakan terdiri dari cermin, lensa, filter dan celah.

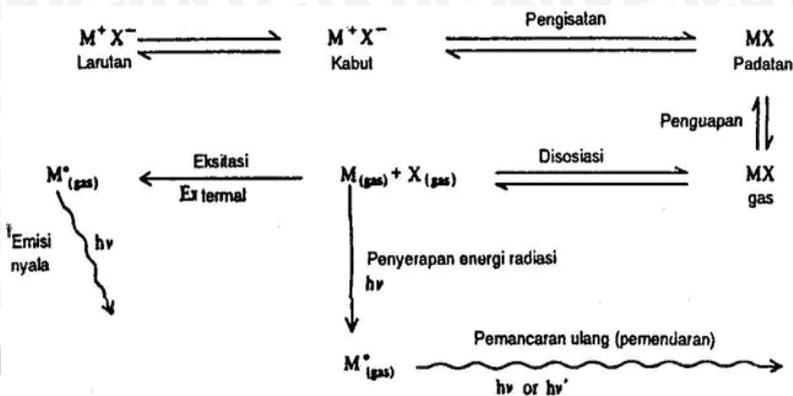
d. Detektor

Fungsi dari detektor adalah mengubah energi sinar menjadi energi listrik dan energi listrik yang dihasilkan tersebut dapat menggerakkan jarum (bila sistem pembacannya merupakan penyimpangan jarum), mengeluarkan angka digital atau menggerakkan pen pada recorder, maupun mengeluarkan angka pada layer monitor.

e. Recorder

Recorder berfungsi untuk menampilkan bentuk sinyal listrik menjadi satuan yang dapat dibaca. Tampilan yang terdapat pada layar menunjukkan data absorbansi.

Prinsip kerja SSA yaitu berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya [1]. Tahap penting dalam penentuan secara SSA adalah atomisasi sebab keberhasilan dalam atomisasi akan berpengaruh terhadap keberhasilan analisa [32]. Prosesnya adalah seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.5 [33].



Gambar 2.5 Proses serapan dan pancaran energi

Penyerapan cahaya oleh suatu atom terjadi pada panjang gelombang tertentu. Dengan menggunakan nyala gas asetilen dan udara kering, unsur Pb dapat menyerap cahaya maksimum pada panjang gelombang 283,3 nm. Lampu katoda yang digunakan bekerja secara spesifik sehingga lampu katoda yang dipilih harus sesuai dengan atom yang akan ditentukan. Sebagai contoh, dalam penentuan kadar Pb maka lampu katoda berongga yang digunakan adalah lampu katoda berongga Pb [27].

Pada SSA, hubungan antara absorpsi sinar dan konsentrasi dinyatakan oleh Hukum Lambert-Beer pada persamaan 2.2.

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ g/L} \quad \text{atau} \quad A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ mol/L} \quad (2.2)$$

Dimana:

- A = absorbansi
- a = absorbtivitas ($\text{L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)
- b = tebal kuvet (cm)
- c = konsentrasi.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang pada bulan Oktober sampai Desember 2012.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas seperti labu ukur 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 500 mL dan 1000 mL, gelas kimia 250 mL dan 1000 mL, pipet tetes, pipet ukur 2 mL dan 10 mL, pipet volum 10 mL, gelas arloji, neraca analitis Mettler, ayakan ukuran 120 mesh dan 150 mesh, penangas air, mortar, pemanas listrik, pengaduk magnet, bola hisap, kertas saring Whatman, botol semprot, desikator, stopwatch, pH-meter, alat sentrifugasi, Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA 6200, Spektrofotometer *FTIR* JASCO FT/IR – 5300, oven Fisher Scientific 655 F dan *shaker* rotator type H-SR-200.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan yaitu cangkang bekicot, NaOH 3,5%, HCl 37%, urea, H_3PO_4 , Na_2HPO_4 , padatan lantan $LaCl_3 \cdot 6H_2O$, HNO_3 pekat, $Pb(NO_3)_2$, dimetilformamida (DMF) dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian adalah sebagai berikut :

1. Preparasi adsorben kitin dari limbah cangkang bekicot
2. Peparasi adsorben kitin terfosforilasi
3. Pembuatan kurva baku Pb(II)
4. Penentuan pengaruh pH terhadap adsorpsi Pb(II)
5. Penentuan pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi Pb(II)
6. Penentuan pengaruh konsentrasi Pb(II) terhadap daya adsorpsi kitin terfosforilasi
7. Analisa data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Adsorben Kitin

Cangkang bekicot dibersihkan dan dicuci dengan air hingga bersih, kemudian dioven 40°C selama 3 jam. Cangkang yang sudah bersih dan kering kemudian ditumbuk sampai halus menggunakan mortar. Selanjutnya dilakukan pengayakan dengan ayakan 120 mesh dan yang lolos diayak kembali dengan ayakan 150 mesh. Serbuk yang tertampung digunakan sebagai bahan baku.

3.4.2 Proses Deproteinasi

Gelas kimia 1000 mL diisi serbuk cangkang bekicot sebanyak 100 g lalu ditambahkan larutan NaOH 3,5% sebanyak 1000 mL perbandingan 1:10 (b/v), kemudian dipanaskan pada suhu 65 °C dengan pemanas listrik sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 2 jam. Setelah itu didinginkan pada suhu kamar, lalu larutan disaring dengan kertas whatman dan residu dicuci dengan akuades sampai netral. Dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. Selanjutnya serbuk hasil deproteinasi didinginkan dalam desikator dan ditimbang.

3.4.3 Proses Demineralisasi

Serbuk hasil deproteinasi dimasukkan dalam gelas kimia 1000 mL sebanyak 60 g kemudian ditambahkan 900 mL larutan HCl 1 M perbandingan 1:15 (b/v). Lalu dipanaskan pada suhu 40 °C sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit. Setelah itu didinginkan pada suhu kamar lalu larutan disaring dengan kertas whatman dan residu dicuci dengan akuades sampai netral. Hasil yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. Selanjutnya didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Serbuk yang dihasilkan dianalisis dengan spektroskopi *FT-IR* untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki dan untuk memastikan bahwa serbuk tersebut adalah kitin

Penentuan derajat deasetilasi (DD) kitin dihitung berdasarkan spektra IR yang dihasilkan. Perhitungan dilakukan dengan membandingkan nilai absorbansi gugus amida dan gugus hidroksil yang diperoleh dari persen transmitan spektra IR dengan persamaan 3.1.

$$A = \log \frac{P_0}{P} \quad (3.1)$$

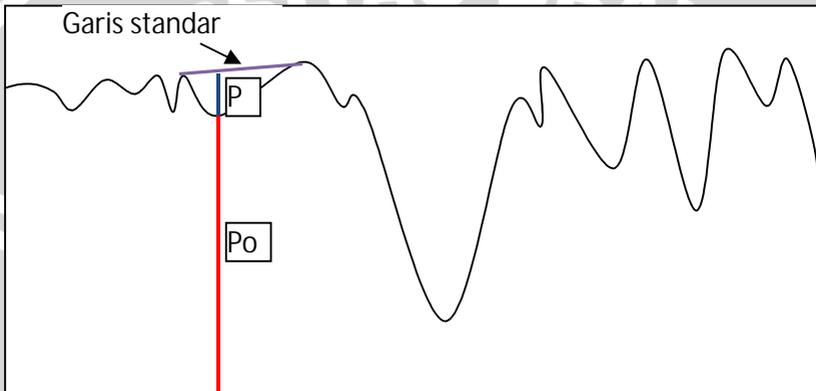
dengan

A: absorbansi

P_0 : transmittan pada garis dasar

P : transmittan pada puncak minimum

Pada spektra IR P_0 diperoleh dengan mengukur *base line* hingga puncak spektra, sedangkan P diukur dari puncak hingga garis standar seperti yang ditunjukkan pada sketsa spektra IR Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Sketsa spektra IR

Sedangkan persen derajat deasetilasi dihitung dengan persamaan 3.2 [11].

$$\%DD = 100 - \left(\frac{A_{\text{amida}}}{A_{\text{hidroksil}}} \times \frac{100}{1,33} \right) \quad (3.2)$$

3.4.4 Preparasi Adsorben Kitin Terfosforilasi

Adsorben kitin sebanyak 10 g dicampur dengan 5 g urea dan campuran fosfat (dengan komposisi 2 mL H_3PO_4 dan 3 g Na_2HPO_4). Campuran dibiarkan pada udara terbuka sampai 30 menit setelah itu dikeringkan dalam oven pada suhu $70^\circ C$ selama 1 jam. Setelah dingin, ditambah dengan 100 mL dimetilformamida dan direaksikan selama 5 jam pada suhu $100^\circ C$ dalam penangas air. Larutan disaring dan residu dicuci dengan akuades untuk menghilangkan pereaksi berlebih. Hasil yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu $60^\circ C$ selama 3 jam. Selanjutnya didinginkan dalam desikator. Kitin yang terfosforilasi dianalisa dengan spektroskopi infra merah.

3.4.5 Pembuatan Kurva Baku Pb²⁺

Larutan Pb²⁺ 100 mg/L dipipet masing-masing sebanyak 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 mL dimasukkan pada labu ukur 25 mL. Setelah itu masing-masing larutan ditambah 1 mL asam nitrat pekat dan 5 tetes larutan lantan. Kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen. Masing-masing larutan Pb²⁺ yang dihasilkan memiliki konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L. Lalu dilakukan pengukuran absorbansi larutan Pb²⁺ menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Kurva ini digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb²⁺ setelah proses adsorpsi.

3.4.6 Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi

Larutan Pb(II) 100 ppm sebanyak 10 mL dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL dan diatur menjadi pH 3 dengan penambahan HCl 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades pH larutan sampai tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 60 menit. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 25 mL. Kemudian ditambah 1 mL HNO₃ pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dimasukkan kedalam botol sampel dan diukur konsentrasi ion Pb(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

Perlakuan di atas diulang dengan variasi pH 2, 4 dan 5 masing – masing variasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

3.4.7 Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi

Larutan Pb(II) 100 ppm sebanyak 10 mL dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL dan diatur menjadi pH 4 (diperoleh dari pH optimum) dengan penambahan HCl 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125

rpm selama 20 menit. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambah 1 mL HNO₃ pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dimasukkan kedalam botol sampel dan diukur konsentrasi ion Pb(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

Perlakuan di atas diulang dengan variasi waktu kontak 40, 60, 80, 100, dan 120 menit dan masing – masing variasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

3.4.8 Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada Daya Adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II)

Larutan Pb(II) 100 ppm sebanyak 10 mL dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL dan diatur menjadi pH 4 dengan penambahan HCl 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan dengan akuades pH 4 sampai tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 60 menit (diperoleh dari waktu kontak optimum) lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 10 mL. Selanjutnya ditambah 1 mL HNO₃ pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditandabatkan dengan akuades. Larutan dimasukkan ke dalam botol sampel dan diukur konsentrasi ion Pb(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

Perlakuan di atas diulang dengan variasi konsentrasi 25, 50, 75, 125, 150, 175 dan 200 ppm dan masing – masing variasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

3.4.9 Rumus Penentuan Jumlah Pb(II) teradsorpsi

Persen ion Pb(II) teradsorpsi dapat dihitung melalui persamaan 3.3.

$$\text{persen Pb}^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{C_0 - C_s}{C_0} \times 100\% \quad (3.3)$$

dimana, C₀ = konsentrasi Pb²⁺ sebelum adsorpsi (ppm)

C_s = konsentrasi Pb²⁺ setelah adsorpsi (ppm)

Sedangkan Jumlah Pb(II) yang teradsorpsi oleh adsorben kitin dapat dihitung berdasarkan persamaan 3.4.

$$\text{jumlah Pb}^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(C_0 - C_s) \times V}{W} \text{ mg/g} \quad (3.4)$$

dimana, C_0 = konsentrasi Pb^{2+} sebelum adsorpsi (ppm)

C_s = konsentrasi Pb^{2+} setelah adsorpsi (ppm)

V = volume larutan total Pb^{2+} (L)

W = berat adsorben (g)

3.5 Analisis Data

Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara pH terhadap persen Pb^{2+} teradsorpsi, waktu kontak terhadap persen Pb^{2+} teradsorpsi dan konsentrasi sisa terhadap jumlah Pb^{2+} teradsorpsi. Dari grafik yang diperoleh, dapat diketahui pengaruh pH, waktu kontak dan konsentrasi terhadap adsorpsi Pb^{2+} serta kondisi optimum untuk proses adsorpsi Pb^{2+} . Data yang diperoleh dianalisis dengan uji F menggunakan pola Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan taraf nyata 5% untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan. Apabila terdapat perbedaan, analisis dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan beda nyata dan tidak beda nyata.

3.5.1 Uji F dengan pola RAL pada taraf nyata 5%

Ada beberapa langkah yang perlu dilakukan untuk melakukan uji F, yaitu:

1. Menghitung faktor koreksi (FK)

$$\text{FK} = \frac{(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{p \times n} \quad (3.5)$$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

- a. JK total (JKT)

$$\text{JKT} = (\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2 - \text{FK} \quad (3.6)$$

- b. JK perlakuan (JKP)

$$\text{JKP} = \frac{\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{n} - \text{FK} \quad (3.7)$$

- c. JK galat (JKG)

$$\text{JKG} = \text{JKT} - \text{JKP} \quad (3.8)$$

3. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

a. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1} \quad (3.9)$$

b. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)} \quad (3.10)$$

4. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG} \quad (3.11)$$

Setelah semua selesai dihitung, dapat dibuat tabel analisis seperti yang tampak pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Analisis sidik ragam satu arah

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	p-1	JKP	KTP	KTP/KTG	Tabel F
Galat	p(n-1)	JKG	KTG		
Total					

Keterangan :

p = banyak perlakuan

n = banyaknya ulangan

dB= derajat bebas

3.5.2 Uji Beda Nyata Terkecil

Untuk mengetahui beda nyata dari tiap perlakuan, perlu dibuat hipotesis nol (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1) terlebih dahulu. H_0 dan H_1 dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

H_0 = perlakuan tidak mempengaruhi persen adsorpsi Mg^{2+}

H_1 = minimal satu pasang perlakuan menunjukkan perbedaan

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak sehingga uji BNT dapat dilakukan. Langkah untuk melakukan uji BNT adalah sebagai berikut:

- a. Menentukan BNT

$$BNT_{(\alpha)} = t_{tabel(\alpha/2, dB_{galat})} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}} \quad (3.12)$$

- b. Menghitung beda rata – rata antar perlakuan

- c. Menarik kesimpulan

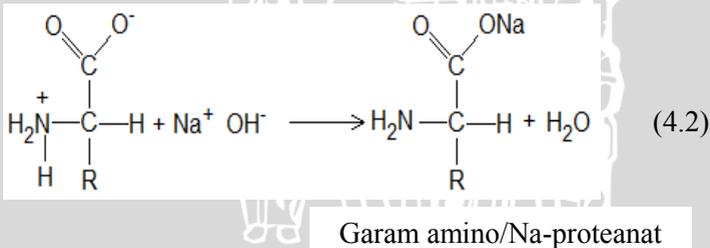
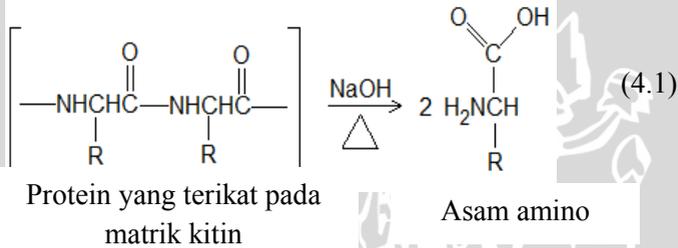
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



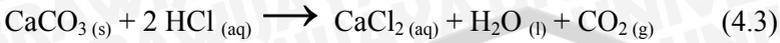
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Bekicot

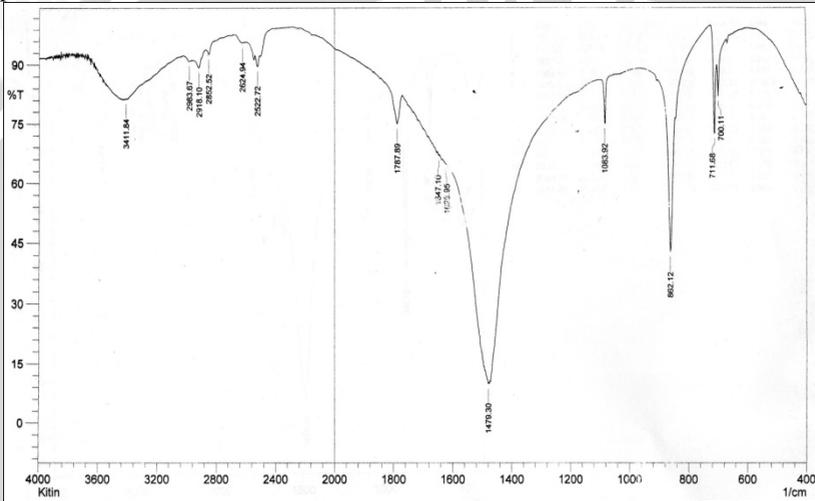
Proses pemurnian kitin yang berasal dari limbah cangkang bekicot melalui dua tahap yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Proses deproteinasi dilakukan dengan menambah NaOH 1 M 3,5% dengan perbandingan 1:10 (b/v) pada serbuk cangkang bekicot yang telah lolos ayakan 120 mesh dan tertahan pada ayakan 150 mesh. Proses deproteinasi ini dilakukan untuk menghilangkan protein yang terkandung dalam cangkang bekicot. Dalam larutan NaOH, protein akan lepas dengan membentuk Na-Proteanat yang larut dalam air. Rendemen yang dihasilkan sebesar 98,02% dari 100 g serbuk cangkang bekicot diperoleh 98,02 g hasil deproteinasi. Reaksi yang terjadi seperti tersaji pada persamaan reaksi 4.1 dan 4.2.



Pada proses demineralisasi dilakukan penambahan HCl 1M pada serbuk hasil deproteinasi dengan perbandingan 1:15 (b/v). Proses demineralisasi ini untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam cangkang bekicot terutama kalsium. Rendemen yang dihasilkan sebesar 24,08% dari 60 g serbuk hasil deproteinasi dan diperoleh serbuk kitin sebesar 14,45 gram. Reaksi yang terjadi seperti tersaji pada persamaan reaksi 4.3 dan 4.4.



Kitin yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi dengan menggunakan spektrofotometer *FTIR* untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki. Spektre IR kitin yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Spektre IR Kitin Hasil Penelitian

Perbandingan gugus fungsional kitin hasil penelitian dan literatur disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan Karakteristik Gugus Fungsional Kitin dari Literatur dengan Hasil Pengukuran

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Keterangan
Kitin Literatur	Kitin Hasil Penelitian	
3401	3411,84	Vibrasi ulur gugus -OH
2921 dan 2853	2918,1 dan 2852,52	Vibrasi ulur gugus -CH ₃ dan -CH ₂ -
1647,1	1647,1	Gugus C=O suatu amida (-NHCO)
1483	1479,30	Gugus -CH ₃ yang terikat pada amida (-NHCOCH ₃)
1082,0	1083,92	Vibrasi ulur gugus -C-O-

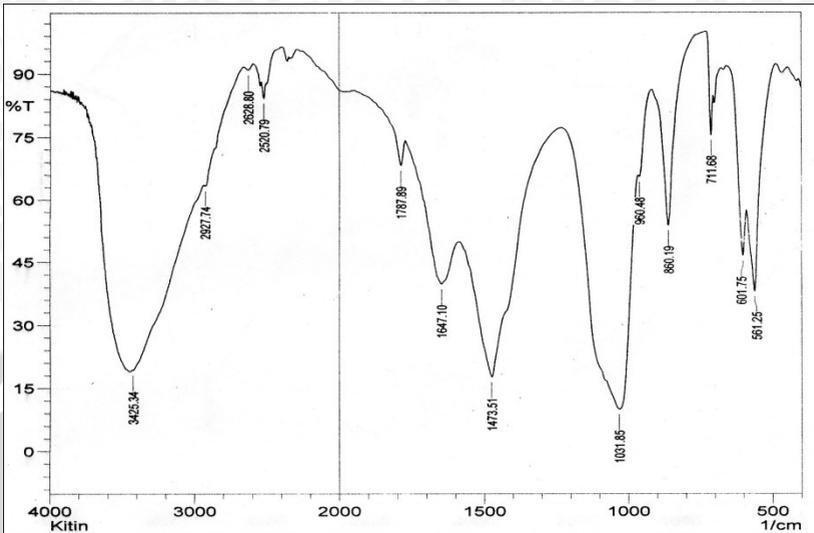
Berdasarkan perbandingan karakteristik gugus fungsi dari data pada Tabel 4.1, terlihat bahwa terdapat banyak kemiripan antara gugus fungsi kitin hasil penelitian dengan gugus fungsi kitin dari literatur. Sehingga dapat disimpulkan bahwa serbuk hasil deproteinasi dan demineralisasi tersebut merupakan kitin. Hal ini dapat dilihat dari puncak pada bilangan gelombang $1479,30\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus dari $-\text{CH}_3$ yang terikat pada amida ($-\text{NHCOCH}_3$) dan puncak pada bilangan gelombang $1647,1\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan bilangan gelombang dari gugus $\text{C}=\text{O}$ suatu amida. Hal ini juga diperkuat oleh adanya serapan pada daerah $1083,92\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur gugus $-\text{C}-\text{O}-$ yang terdapat pada kitin.

Derajat deasetilasi (DD) dari kitin hasil perhitungan pada Lampiran E sebesar 52,21%. Nilai DD ini juga mendukung pernyataan diatas, bahwa suatu kitin memiliki nilai DD kurang dari 60%, sehingga dari spektra IR dan nilai DD dapat disimpulkan bahwa serbuk yang dihasilkan dari penelitian ini adalah serbuk kitin.

4.2 Preparasi Adsorben Kitin Terfosforilasi

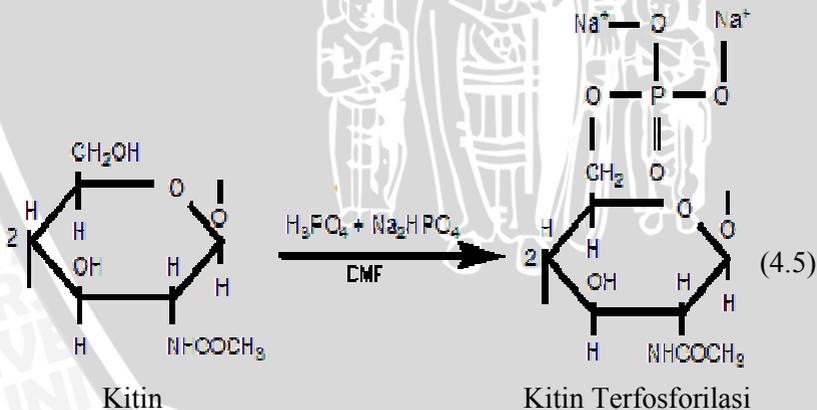
Proses fosforilasi kitin dilakukan dengan menambahkan urea dan campuran fosfat yang terdiri dari H_3PO_4 dan Na_2HPO_4 pada adsorben kitin dalam pelarut dimetilformamida (DMF). Gugus fosfor yang terikat pada kitin meningkatkan situs negatifnya, sehingga ikatan elektrostatik dengan ion logam juga meningkat.

Adsorben kitin hasil dari proses fosforilasi dilakukan identifikasi menggunakan spektrofotometer *FTIR* untuk mengetahui gugus fungsinya. Spektra IR dari kitin terfosforilasi ditunjukkan pada Gambar 4.2.



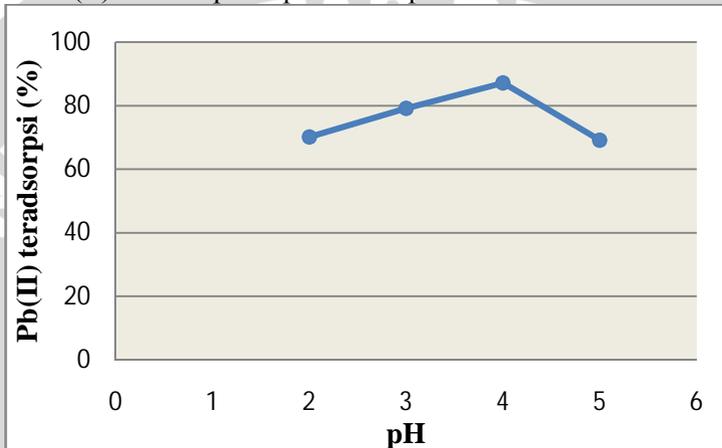
Gambar 4.2 Spektra IR kitin Terfosforilasi

Berdasarkan spektra IR kitin terfosforilasi pada Gambar 4.2, jika dibandingkan dengan spektra IR dari kitin murni (Tabel 4.1), terdapat perbedaan spektrum pada bilangan gelombang $1031,85 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus dari fosfat (PO_4^{3-}). Hal ini menyatakan bahwa serbuk kitin telah mengikat gugus fosfat. Reaksi yang terjadi seperti tersaji pada persamaan reaksi 4.5 [8].



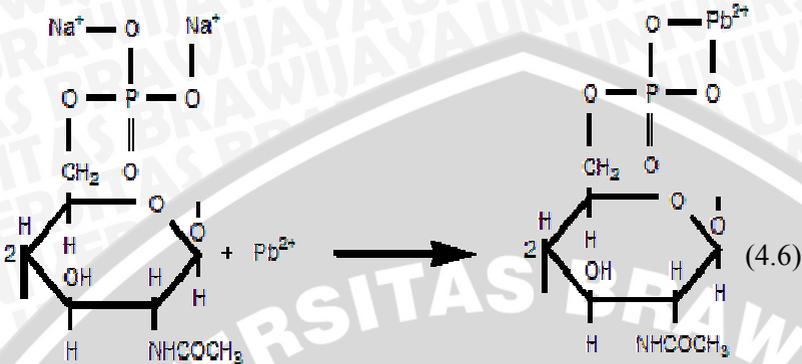
4.3 Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi

Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan variasi pH 2, 3, 4 dan 5 dengan waktu kontak 60 menit. Ion Pb(II) secara bertahap mengendap pada pH > 5 sehingga tidak dapat dilakukan pada suasana basa. Data pengaruh pH terhadap daya adsorpsi dapat dilihat pada Tabel F.1 (Lampiran F). Hubungan antara variasi pH terhadap persen Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kurva Hubungan pH terhadap persen Pb²⁺ teradsorpsi

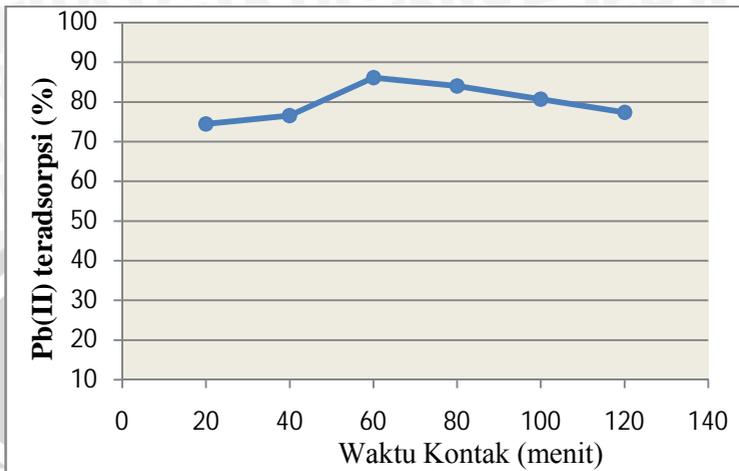
Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa persen Pb(II) teradsorpsi terus mengalami peningkatan dari pH 2 sampai pH 4. Hal ini dipengaruhi oleh penambahan HCl pada larutan Pb(II). Pada pH 2, larutan HCl yang ditambahkan relatif banyak sehingga menyebabkan peningkatan jumlah H⁺ pada larutan, dan terjadi persaingan antara H⁺ dengan Pb(II) untuk berikatan dengan pasangan elektron bebas pada kitin terfosforilasi yaitu elektron bebas dari -O pada gugus fosfat (PO₄³⁻). Sedangkan pada pH 5 persen Pb(II) teradsorpsi menurun. Hal ini dikarenakan pada kondisi pH yang semakin tinggi, maka semakin banyak juga ion OH⁻ dalam larutan. Keberadaan ion OH⁻ ini menyebabkan ion Pb(II) terhidrolisis dan menghasilkan Pb(OH)₂. Pb yang tidak lagi berada dalam bentuk ionnya, semakin sulit untuk berikatan dengan gugus fosfat pada kitin terfosforilasi. Reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi Pb(II) seperti tersaji pada persamaan reaksi 4.6 [8].



Dari hasil perhitungan uji statistik yang telah dilakukan pada taraf nyata 0,05 (Lampiran H), diperoleh nilai F_{hitung} (382,44) persen Pb(II) teradsorpsi lebih besar dari nilai F_{tabel} (4,07). Hal ini dapat diartikan bahwa pH memberikan pengaruh yang nyata terhadap persen Pb(II) teradsorpsi. Pada uji BNT, semua perlakuan variasi pH menunjukkan beda nyata pada persen Pb(II) teradsorpsi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pH optimum dari proses adsorpsi Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi adalah pH 4 dengan persen Pb(II) teradsorpsi sebesar 86,46% dengan standar deviasi 1,04.

4.4 Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh waktu kontak antara adsorben dengan larutan. Penentuan pengaruh waktu kontak pada daya adsorpsi kitin terfosforilasi terhadap Pb(II) dilakukan dengan pH 4 sebagai pH optimum hasil perlakuan sebelumnya dengan variasi waktu kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit. Pengaruh waktu kontak terhadap jumlah persen Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Tabel F.2 (Lampiran F). Hubungan antara waktu kontak dengan persen Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kurva Hubungan Waktu Kontak terhadap Persen Pb(II) teradsorpsi

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.4 terlihat bahwa persen Pb(II) teradsorpsi meningkat dari waktu kontak 20 menit sampai 60 menit. Hal ini dikarenakan belum terjadi kesetimbangan adsorpsi. Setelah tercapai kesetimbangan adsorpsi, jumlah Pb(II) yang teradsorpsi akan relatif konstan. Hal ini disebabkan sudah terpenuhinya gugus aktif pada permukaan adsorben oleh Pb(II) sehingga kemungkinan terjadinya ikatan antara Pb(II) dengan gugus aktif adsorben semakin berkurang.

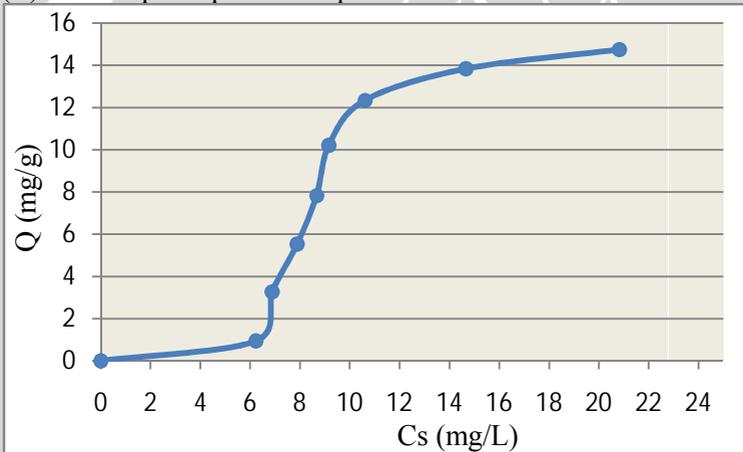
Pada waktu kontak 80 sampai 120 menit, terjadi penurunan persen Pb(II) teradsorpsi. Hal ini disebabkan seluruh gugus aktif yang terdapat pada permukaan adsorben sudah terpenuhi oleh Pb(II). Selain itu jika waktu kesetimbangan sudah terlewati, ikatan elektrostatik yang terjadi antara Pb(II) dengan gugus amida maupun gugus fosfat sebagai gugus aktif pada kitin terfosforilasi akan terganggu. Sehingga menyebabkan penurunan persen Pb(II) teradsorpsi.

Dari perhitungan uji statistik (Lampiran H), diperoleh nilai F_{hitung} (320,09) lebih besar dari F_{tabel} (3,1058) pada taraf nyata 0,05. Hal ini berarti bahwa waktu kontak memiliki pengaruh yang nyata terhadap persen Pb(II) teradsorpsi. Dari uji BNT pada waktu kontak 20, 60, 80 dan 100 diperoleh hasil perbedaan yang nyata pada persen Pb(II) teradsorpsi. Sedangkan pada waktu kontak antara 40 dan 120 menit tidak berbeda nyata. Dari hasil analisis dapat disimpulkan

bahwa waktu kontak optimum terjadi pada waktu kontak 60 menit dengan persen Pb(II) teradsorpsi sebesar 86,11% dengan standar deviasi 0,24.

4.5 Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada Daya Adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II)

Daya adsorpsi kitin terfosforilasi ditentukan melalui pengaruh variasi konsentrasi larutan Pb(II). Penentuan pengaruh konsentrasi dilakukan pada pH 4 dengan waktu kontak 60 menit. Konsentrasi larutan dilakukan dengan variasi 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 dan 200 ppm. Pengaruh berbagai konsentrasi larutan Pb(II) terhadap adsorpsi pada adsorben kitin terfosforilasi dapat dilihat pada Tabel F.3 (Lampiran F). Hubungan antara konsentrasi sisa dengan jumlah Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Kurva Hubungan Konsentrasi sisa (C_s) terhadap Jumlah Pb(II) teradsorpsi (Q)

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.5 terlihat bahwa jumlah Pb(II) teradsorpsi terus meningkat dari konsentrasi sisa 6,22 sampai 20,8 mg/L. Hal ini sejalan dengan teori adsorpsi Langmuir yang menyatakan bahwa permukaan adsorben mempunyai sejumlah situs aktif adsorpsi. Banyaknya situs aktif tersebut sebanding dengan luas permukaan adsorben dan masing-masing situs aktif hanya dapat mengadsorpsi satu molekul adsorbat. Pada keadaan dimana tempat adsorpsi belum jenuh dengan adsorbat maka kenaikan konsentrasi adsorbat akan menaikkan jumlah zat yang teradsorpsi. Bila adsorben

sudah jenuh dengan adsorbat maka kenaikan konsentrasi adsorbat relatif tidak menaikkan jumlah zat yang teradsorpsi [25]. Dalam penelitian ini dapat dikatakan bahwa pada konsentrasi 175 mg/L telah terjadi kesetimbangan sehingga telah menjenuhkan situs aktif yang terdapat pada adsorben kitin terfosforilasi.

Dari perhitungan uji statistik (Lampiran H), diperoleh nilai F_{hitung} (11301,60) lebih besar dari F_{tabel} (2,66) pada taraf nyata 0,05. Hal ini berarti bahwa konsentrasi memiliki pengaruh yang nyata terhadap persen Pb(II) teradsorpsi. Dari uji BNT pada konsentrasi 25, 50, 75, 125, 150, 175 dan 200 mg/L diperoleh hasil perbedaan yang nyata pada jumlah Pb(II) teradsorpsi. Dari hasil analisis dapat disimpulkan bahwa kapasitas adsorpsi terjadi pada konsentrasi 175 mg/L dengan jumlah Pb(II) teradsorpsi sebesar 13,83 mg/g dengan standar deviasi 0,04.



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa proses fosforilasi kitin mampu meningkatkan daya adsorpsi kitin terhadap ion Pb(II). Proses adsorpsi ion Pb(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi sangat dipengaruhi oleh pH larutan, waktu kontak dan konsentrasi. Kondisi pH optimum adsorpsi Pb(II) terjadi pada pH 4 dengan persen adsorpsi 86,45% dan waktu kontak 60 menit. Kapasitas adsorpsi Pb(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi terjadi pada konsentrasi 175 mg/L sebesar $13,83 \pm 0,04$ mg/g.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya sebaiknya melakukan modifikasi kitin dengan gugus aktif yang berbeda selain fosforilasi kitin. Selain itu, pemurnian pada adsorben kitin terfosforilasi perlu dilakukan, dengan harapan akan diperoleh hasil yang lebih maksimal.



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR PUSTAKA

1. Darmono, 1995, **Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup**, UI-press, Jakarta
2. Herman, D. Z., 2006, **Tinjauan Terhadap Tailing Mengandung Unsur Pencemar Arsen (As), Merkuri (Hg), Timbal (Pb), Dan Kadmium (Cd) Dari Sisa Pengolahan Bijih Logam**, Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung
3. Sunarya, A. I., 2006, **Biosorpsi Logam Berat Pb(II) dan Cd(II) Menggunakan Kulit Jeruk Siam (*Citrus reticulata*)**, Skripsi, FMIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor
4. Stum W, dan Morgan, J.J., 1996, **Aquatic Chemistry**, John Wiley and Sons, New York.
5. Santoso H. B., 1989, **Budidaya Bekicot**, Kanisius, Yogyakarta
6. Windholz, 1983, **Chitin and Chitosan**, N.Y University, New Castle
7. Rahayu, L. H., dan S. Purnavita, 2007, **Optimasi Pembuatan Kitin dari Kitin Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) untuk Adsorben Ion Logam Merkuri**, Reaktor Vol.11 No.1
8. Kim, S.H., Song, H., Nisola, G.M., and, Ahn, J., 2006, **Adsorption of Lead(II) Ion using Surface-Modified Chitins**, *J. Ind. Eng. Chem*, Vol 12., No3, 469-475
9. Sawyer, C.N dan P.L Mc Carty, 1987, **Chemistry of Engineering**, Third Ed., Mc Graw Hill, Kogakusha Ltd., Tokyo

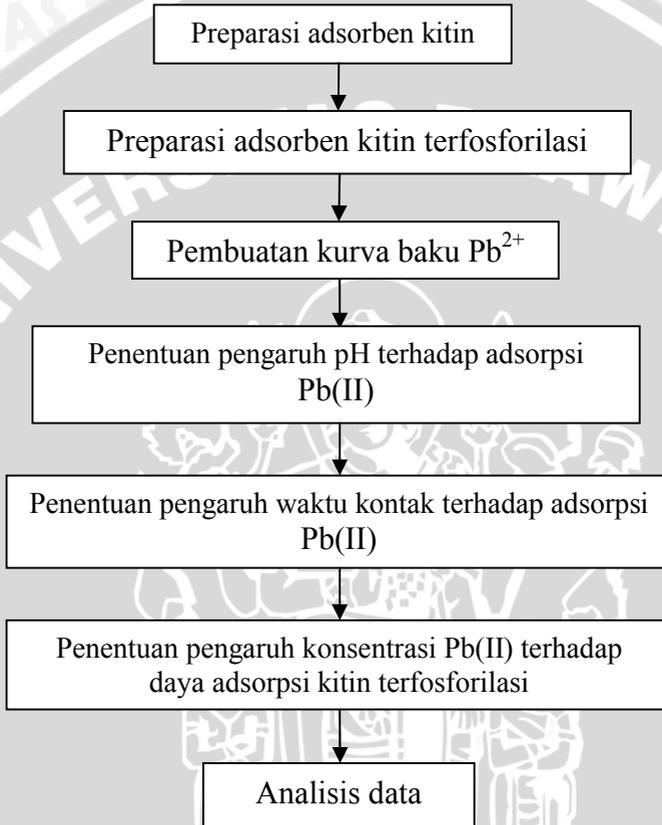
10. Astuti, P., 2007, **Adsorpsi Limbah Zat Warna Tekstil Jenis Procion Red Mx 8b Oleh Kitosan dan Kitosan Sulfat Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina fullica*)**, Skripsi, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta
11. Bastaman, S., 1989, **Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shells**, *Journal of Aeronautical and Chemical Engineering*, 2 (10) : 188-297
12. Suhardi, 1993, **Khitin dan Khitosan**, Pusat antar Universitas Pangan dan Gizi UGM, Yogyakarta
13. Muzzarelli, R.A.A., 1985, **Chitin in the Polysaccharides** vol 3, p.147. Aspinall (ed) Academic press Inc., Orlando, San Diego,.
14. Patil, R.S., Ghormade, V. & Despande, M.V., 2000, **Chitinolytic enzymes: an exploration. *Enzyme and Microbial Technology*** 26:473-483
15. Rompas, M.R., 2010, **Toksikologi Kelautan**, Sekretariat Dewan Kelautan Indonesia, Jakarta Pusat
16. Saeni, M. S., 1989, **Kimia Lingkungan**, Pusat Studi Ilmu Hayat IPB, Bogor
17. Lestari dan Edward, 2004, **Dampak Pencemaran Logam Berat Terhadap Kualitas Air Laut dan Sumberdaya Perikanan (Studi Kasus Kematian Massal Ikan-Ikan di Teluk Jakarta)**, *Makara Sains*, vol 8, No 2, hal 52-58
18. Sutikno, 1995, dalam Handayani E. A., 2006, **Keanekaragaman Jenis Gastropoda di Pantai Randusanga Kabupaten Brebes Jawa Tengah**, Skripsi, Biologi, FMIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang

19. Jatto, E.O., Asia I.O., Egbon E.E., Otutu J.O., Chukwuedo M.E., and Ewansih J.E., 2010, **Treatment of Waste Water for Food Industry using Snail Shell**, Academia Arena, 2 (1), 36-36
20. Tacon, A.G.J., 1987, **The Nutrition and Feeding of Farmed Fish and Shrimp**, A Training Manual, Book 2, Nutrients Sources and Composition, FAO Trust Fuud GCP/RLA/075/ITA Project Support to The Regional Agriculture Activities for Latin America and The Caribbean, Food and Agriculture Organil of The United Nation
21. Bernasconi, G., 1995, **Teknologi Kimia**, Edisi Kedua, Alih bahasa Lienda Hanjoyo, P.T. Pradnya Paramita, Jakarta, hal. 204-205
22. Sukardjo, 1985, **Kimia Fisika**, Bina Aksara, Yogyakarta
23. Reynolds, T.D., 1982, **Unit Operation and Process in Environmental Engineering**, Texas A&M University, California
24. Maron, S. H., and J. B. Lando, 1974, **Fundamentals Of Physical Chemistry**, Macmillan Publishing Co., Inc., New York, pp. 761
25. Oscik, J., and I.I. Cooper, 1982, **Adsorption**, John Wiley and Sons, New York, pp. 109-111
26. Day, R. A., dan Underwood, A. L., 2001, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Edisi keenam, Alih Bahasa : Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng, Erlangga, Jakarta, hal. 388, 394
27. Hendayana, Sumar, dkk., 1994 , **Kimia Analitik Instrumen**, jilid kesatu, IKIP Semarang Press, Semarang.

28. Khopkar, S. M., 2003, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UI Press, Jakarta, hal. 216-217
29. Jeffery, G.H, Bassets J, Denney, R.C & Mendham, J, 1997, Vogel's **Text Book of Quantitative Chemical Analysis**, John Willey & sons Inc, New York
30. Pavia, D.I., Lampman, G.M., dan Kriz, G.S., 1996, **Introduction to Spectroscopy a Guide for Students of Organic Chemistry**, second edition, Saunders Golden Sunburst Series, New York
31. Sanjaya, I. dan Yuanita, L., 2007, **Adsorpsi Pb (II) oleh Kitosan Hasil Isolasi Kitin Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla sp.*)**, Jurnal Ilmu Dasar, Vol 8 No.1 Hal 30 – 36, <http://isjd.pdii.lipi.go.id/admin/jurnal/81073036.pdf>, diakses pada tanggal 15 September 2012.
32. Skoog, D.A., D.M. West, and F.J. Holler, 1998, **Analytical Chemistry**, Saunders College Publishing, Philadelphia
33. Basset, 1994, **Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik**, Edisi Keempat, Alih Bahasa : L. Setiono dan A. H. Pudjaatmaka, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta

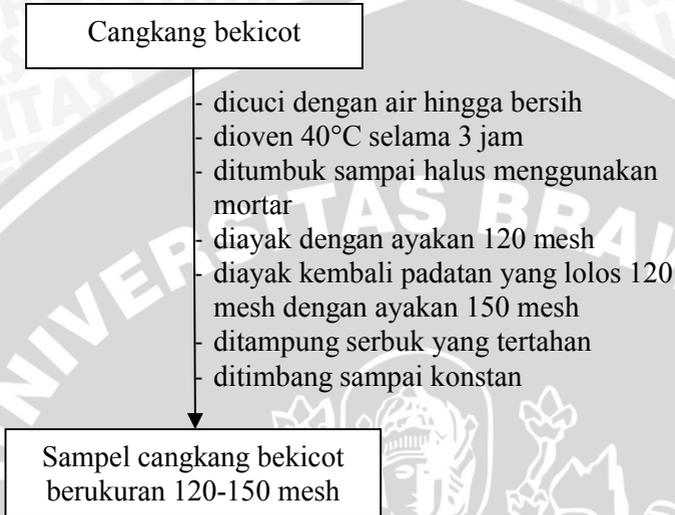
LAMPIRAN

Lampiran A. Diagram Alir Penelitian

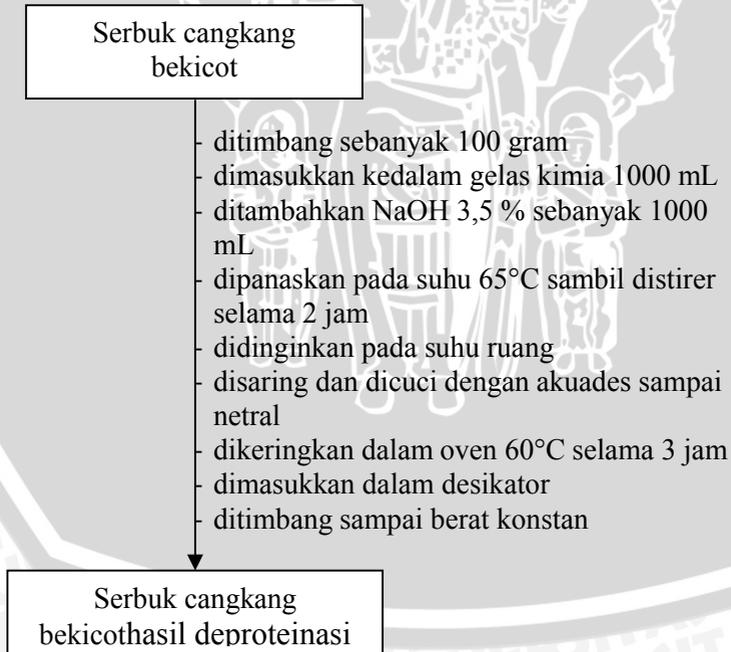


Lampiran B. Skema Kerja

B.1 Preparasi Sampel



B.2 Proses Deproteinasi



B.3 Proses Demineralisasi

Serbuk cangkang bekicot
hasil deproteinasi

dimasukkan kedalam gelas kimia 1000 mL
ditambahkan larutan HCl 1 M dengan
perbandingan 15 : 1 (v /w)
dipanaskan pada suhu 40°C sambil distirer
selama 30 menit
didinginkan pada suhu ruang
disaring dan dicuci dengan akuades sampai
netral
dikeringkan dalam oven 60°C selama 3 jam
dimasukkan dalam desikator
ditimbang hingga berat konstan

Kitin

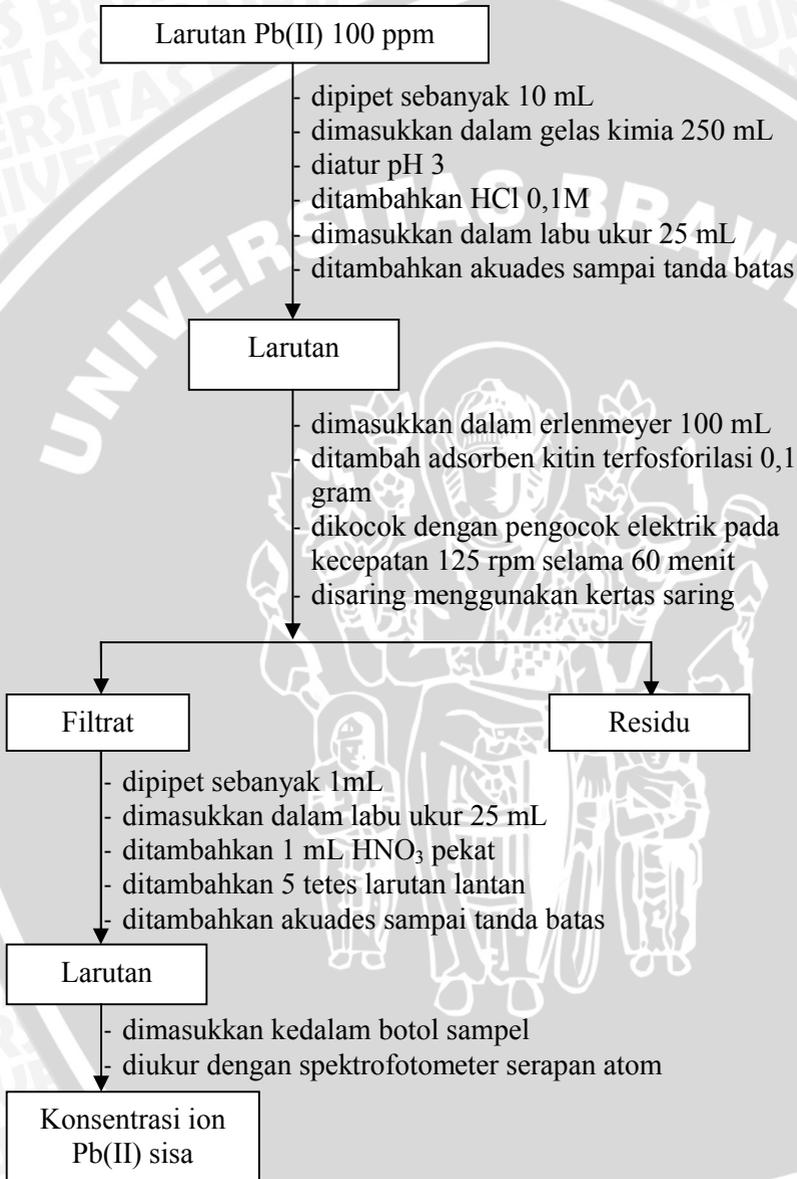
B.4 Preparasi Kitin Terfosforilasi

Adsorben Kitin

ditimbang sebanyak 10 gram
dicampur dengan 5 gram urea dan fosfat (2
mL H_3PO_4 dan 3 gram Na_2HPO_4)
dibiarkan pada udara terbuka selama 30 menit
dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C
selama 1 jam
dimasukkan dalam desikator
dituang dalam gelas beaker 250 mL
ditambah dengan 100 mL dimetilformamida
direaksikan selama 5 jam pada suhu 100°C
dalam penangas air
disaring dan dicuci dengan akuades
dioven pada suhu 60°C selama 3 jam
ditimbang hingga berat konstan

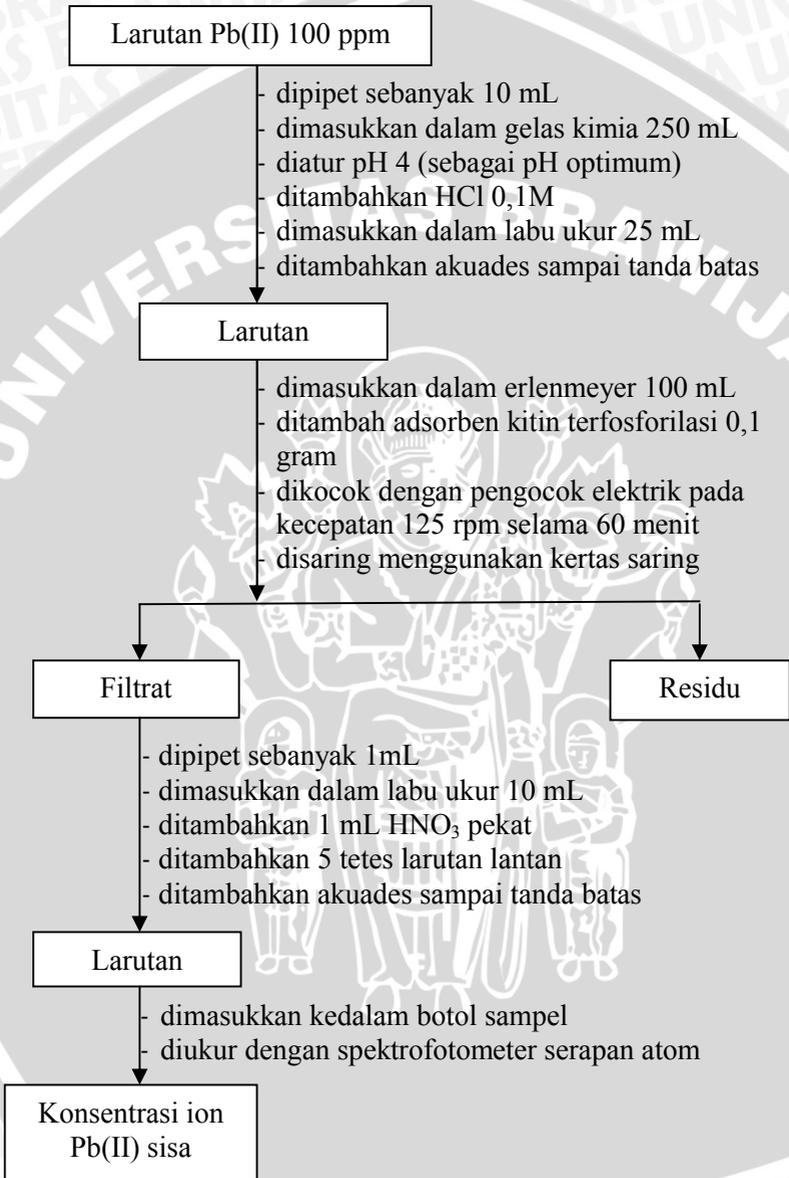
Kitin Terfosforilasi

B.5 Preparasi Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) Adsorben Kitin Terfosforilasi



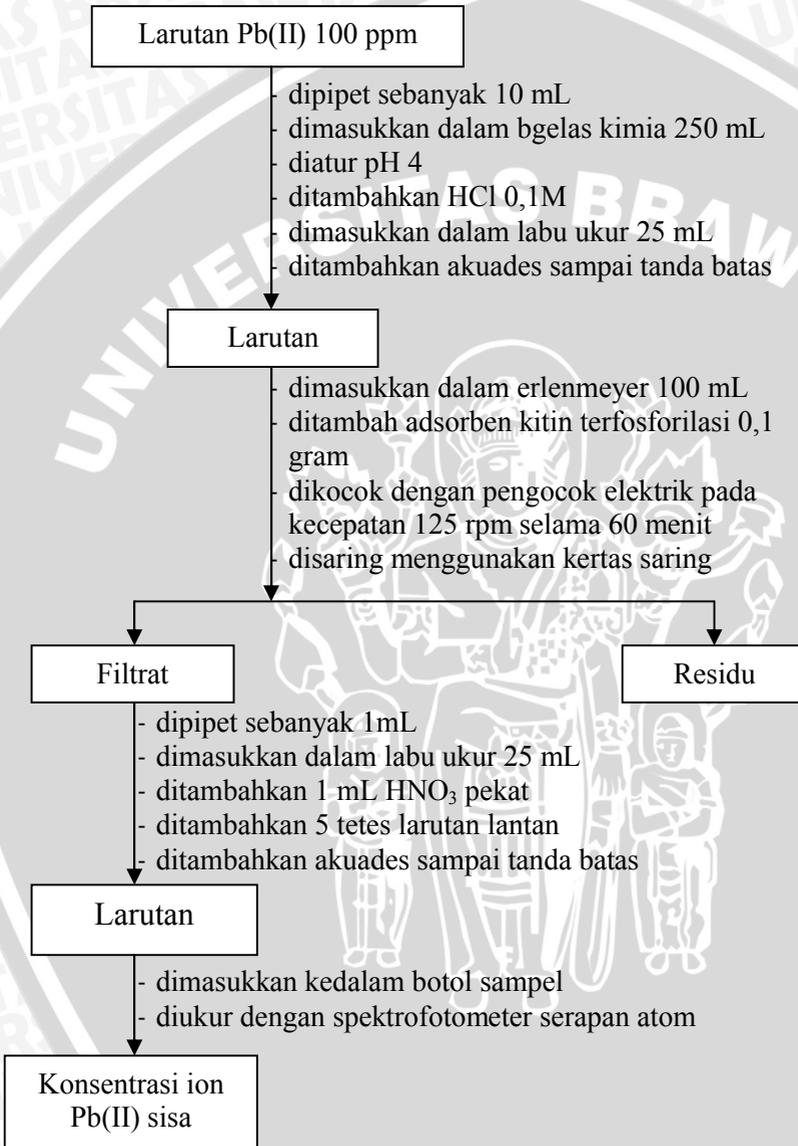
* Preparasi diulang dengan variasi pH 2, 4 dan 5 dilakukan tiga kali (triplo).

B.6 Preparasi Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) Adsorben Kitin Terfosforilasi



* Preparasi diulang dengan variasi waktu kontak 20, 40, 80, 100, 120 menit dan dilakukan tiga kali (triplo).

B.7 Preparasi Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada Daya Adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II)



* Preparasi diulang dengan variasi konsentrasi 25, 50, 75, 125, 150, 175 dan 200 ppm dan dilakukan tiga kali (triplo).

Lampiran C. Preparasi Larutan

C.1 Pembuatan Larutan HCl 1 M sebanyak 1000 mL

Pembuatan larutan HCl 1M dilakukan dengan membuat dari larutan induk yang diencerkan. Larutan induk berupa HCl 37%, d: 1,19 g/mL, dan Mr: 36,4609 g/mol dengan perhitungan sebagai berikut:

$$M \text{ HCl} = \frac{37 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,4609 \text{ g/mol}}$$

$$M \text{ HCl} = 1,208 \text{ mol/100 mL}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{1,208 \text{ mol}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}}$$

$$M \text{ HCl} = 12,08 \text{ M}$$

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

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 1 \text{ M}}{12,08 \text{ M}}$$

$$= 82,78 \text{ mL}$$

Volume HCl 37% yang diperlukan untuk membuat HCl 1 M sebanyak 1000 mL adalah 82,78 mL.

C.2 Pembuatan Larutan NaOH 3,5 % sebanyak 500 mL

Pembuatan NaOH 3,5 % dibuat dari padatan NaOH (Mr: 39,9969 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

NaOH 3,5 % = 3,5 gram NaOH dalam 100 mL akuades

Massa NaOH dalam 500 mL pelarut :

$$\text{massa} = \text{Volume larutan} \times \% \text{ NaOH}$$

$$\text{massa} = 500 \text{ mL} \times \frac{3,5 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}$$

$$= 17,5 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang diperlukan untuk membuat NaOH 3,5 % sebanyak 500 mL adalah 17,5 gram.

C.3 Pembuatan Larutan Induk Pb²⁺ 100 ppm

Pembuatan larutan Pb 100 ppm sebanyak 1000 mL dibuat dari padatan Pb(NO₃)₂ (Mr: 331,2 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

$$\begin{aligned} \text{Massa Pb dalam 1000 mL} &= 100 \text{ mg/L} \times 1000 \text{ mL} \times \frac{1}{1000} \text{ L/mL} \\ &= 0,1 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Pb} &= \text{Mol Pb(NO}_3)_2 \\ \frac{\text{massa Pb}}{\text{Ar Pb}} &= \frac{\text{massa Pb(NO}_3)_2}{\text{Mr Pb(NO}_3)_2} \\ \text{massa Pb(NO}_3)_2 &= \frac{\text{massa Pb}}{\text{Ar Pb}} \times \text{Mr Pb(NO}_3)_2 \\ &= \frac{0,1 \text{ g}}{207,2 \text{ g/mol}} \times 331,2 \text{ g/mol} \\ &= 0,1598 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa Pb(NO₃)₂ yang dibutuhkan untuk membuat 100 mL Pb 1000 ppm adalah 0,1598 g.

C.4 Pembuatan Kurva Baku Pb²⁺

C.4.1 Pembuatan Larutan Baku 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm

Pembuatan Larutan Pb²⁺ 2 ppm sebanyak 25 mL dibuat dari larutan Pb 100 ppm berdasarkan perhitungan berikut:

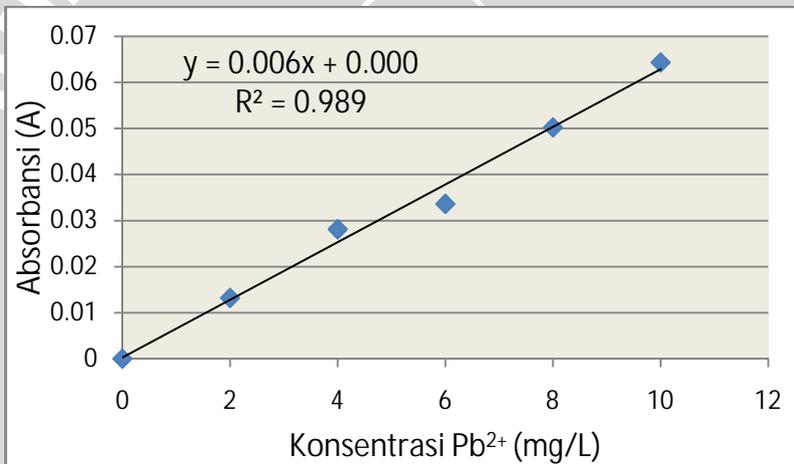
$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 100 \text{ ppm} &= 25 \text{ mL} \times 2 \text{ ppm} \\ V_1 &= 0,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

Volume Larutan Pb²⁺ 100 ppm yang diperlukan untuk membuat larutan Pb²⁺ 2 ppm adalah 0,5 mL. Sedangkan untuk perhitungan volume larutan Pb²⁺ 100 ppm yang digunakan untuk membuat larutan Pb²⁺ 4, 6, 8 dan 10 ppm dihitung dengan rumus yang sama seperti penentuan volume larutan Pb²⁺ 100 ppm untuk membuat larutan Pb²⁺ 2 ppm (untuk pembuatan larutan Pb²⁺ 4, 6, 8 dan 10 ppm membutuhkan larutan Pb²⁺ 100 ppm berturut – turut sebanyak 1; 1,5; 2 dan 2,5 mL).

Larutan yang dihasilkan diukur absorbansinya dengan AAS, sehingga diperoleh hasil seperti pada Tabel C.1.

Tabel C.1 Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Baku Pb²⁺

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,0132
4	0,0281
6	0,0336
8	0,0502
10	0,0643



Gambar C.1 Kurva Baku Pb²⁺

C.5 Pembuatan Larutan Larutan HCl 25% sebanyak 10 mL

HCl 25% sebanyak 10 mL dibuat dengan mengambil larutan HCl 37% berdasarkan perhitungan berikut:

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

$$V_1 = \frac{V_2 \times M_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 25\%}{37\%}$$

$$V_1 = 6,76 \text{ mL}$$

Volume HCl 37% yang diperlukan untuk membuat HCl 25% sebanyak 10 mL adalah 6,76 mL.

C.6 Pembuatan Larutan Lantan 2,5% sebanyak 25 mL

Pembuatan larutan lantan 2,5% sebanyak 25 mL dibuat dari $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mr: 353,3578 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

Lantan 2,5% = 0,625 g La dalam 25 mL

Massa $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan, yaitu:

$$\begin{aligned} \frac{\text{massa La}}{\text{Ar La}} \times \text{Mr LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{0,625 \text{ g}}{138,91 \text{ g/mol}} \times 353,3578 \text{ g/mol} \\ &= 1,5899 \text{ gram} \end{aligned}$$

Lampiran D. Perhitungan Rendemen Hasil Penelitian

$$\text{rendemen} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100\%$$

Tahap deproteinasi

$$\begin{aligned} \text{rendemen} &= \frac{98,02 \text{ g}}{100 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 98,02 \% \end{aligned}$$

Tahap demineralisasi

$$\begin{aligned} \text{rendemen} &= \frac{14,45 \text{ g}}{60 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 24,08 \% \end{aligned}$$

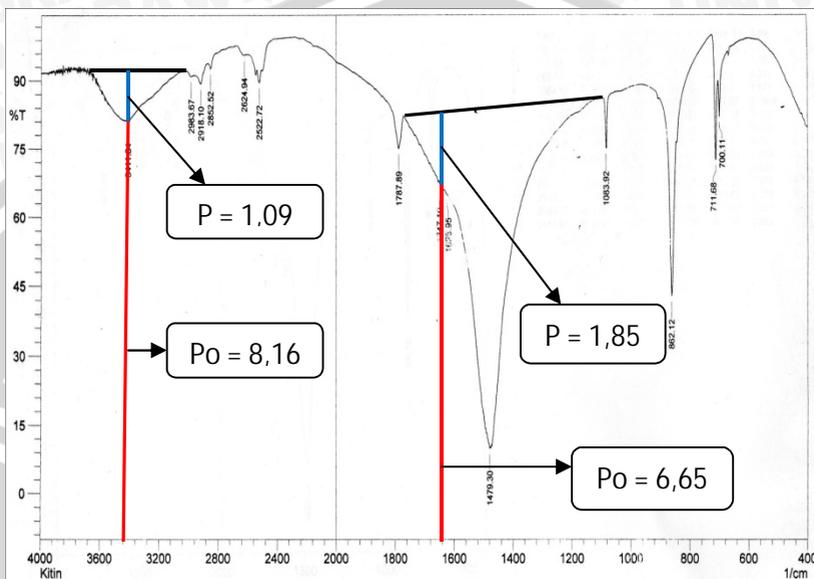
Lampiran E. Perhitungan Derajat Deasetilasi (DD)

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1647,10}}{A_{3411,84}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right]$$

$$A \text{ (Absorbansi)} = \log \frac{P_o}{P}$$

$A_{1647,10}$ = Absorbansi pada bilangan gelombang 1647,10 cm^{-1} untuk serapan gugam amida atau asetamida (CH_3CONH -)

$A_{3411,84}$ = Absorbansi pada bilangan gelombang 3411,84 cm^{-1} untuk serapan gugus hidroksil (-OH)



Gambar E.1 Sketsa spektra IR derajat deasetilasi

Tabel E.1 Intensitas dari Puncak Spektra IR

Puncak	Intensitas
700,11	81,984
711,68	72,488
862,12	42,942
1083,92	74,945
1479,3	10
1623,95	64,624
1647,1	66,992
1787,89	74,985
2522,72	89,582
2624,94	95,637
2852,52	92,692
2918,1	89,346
2983,67	90,948
3411,84	81,307

$$A_{1647,1} \log \frac{P_0}{P} \log \frac{6,65}{1,85} = 0,556$$

$$A_{3411,84} \log \frac{P_0}{P} \log \frac{8,16}{1,09} = 0,874$$

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1647,1}}{A_{3411,84}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right]$$

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{0,556}{0,874} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] = 52,21\%$$

Lampiran F. Data Hasil Penelitian

F.1 Penentuan Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Pb(II) Adsorben Kitin Terfosforilasi

Tabel F.1 Penentuan pH Optimum

pH	Absorbansi	% Pb ²⁺ teradsorpsi	Rata – rata Pb ²⁺ teradsorpsi ± SD (%)	Jumlah Pb ²⁺ teradsorpsi (mg/g)
2	0,0029	69,79	70,14±0,60	6,98
	0,0028	70,83		7,08
	0,0029	69,79		6,98
3	0,0021	78,13	78,47±0,60	7,81
	0,0021	78,13		7,81
	0,0020	79,17		7,92
4	0,0014	85,42	86,46±1,04	8,54
	0,0012	87,50		8,75
	0,0013	86,46		8,65
5	0,0030	68,75	68,40±0,60	6,88
	0,0030	68,75		6,88
	0,0031	67,71		6,77

F.2 Penentuan Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Pb(II) Adsorben Kitin Terfosforilasi

Tabel F.2 Penentuan Waktu Kontak Optimum

Waktu Kontak	Absorbansi	% Pb ²⁺ teradsorpsi	Rata-rata Pb ²⁺ teradsorpsi ± SD (%)	Jumlah Pb ²⁺ teradsorpsi (mg/g)
20 menit	0,0060	75,00	74,44±0,63	7,50
	0,0061	74,58		7,46
	0,0063	73,75		7,38
40 menit	0,0056	76,67	76,67±0,42	7,67
	0,0055	77,08		7,71
	0,0057	76,25		7,63
60 menit	0,0033	86,25	86,11±0,24	8,63
	0,0034	85,83		8,58
	0,0033	86,25		8,63
80 menit	0,0038	84,17	84,03±0,24	8,42
	0,0038	84,17		8,42
	0,0039	83,75		8,37
100 menit	0,0046	80,83	80,69±0,24	8,08
	0,0047	80,42		8,04
	0,0046	80,83		8,08
120 menit	0,0054	77,50	77,36±0,64	7,75
	0,0053	77,92		7,79
	0,0056	76,67		7,67

F.3 Penentuan Pengaruh Konsentrasi pada Daya Adsorpsi Kitin Terfosforilasi terhadap ion Pb(II)

Tabel F.3 Penentuan Konsentrasi Optimum

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi	Jumlah Pb ²⁺ teradsorpsi (mg/g)	Rata-rata Pb ²⁺ teradsorpsi ± SD (mg/g)	Cs (mg/L)
25	0,0037	0,96	0,94±0,02	6,17
	0,0037	0,96		6,17
	0,0038	0,92		6,33
50	0,0042	3,25	3,28±0,02	7,00
	0,0041	3,29		6,83
	0,0041	3,39		6,83
75	0,0048	5,50	5,53±0,05	8,00
	0,0048	5,50		8,00
	0,0046	5,58		7,67
100	0,0051	7,87	7,83±0,04	8,50
	0,0052	7,83		8,67
	0,0053	7,79		8,83
125	0,0059	10,04	10,21±0,19	9,83
	0,0056	10,17		9,33
	0,0050	10,42		8,33
150	0,0064	12,33	12,35±0,06	10,67
	0,0065	12,29		10,83
	0,0062	12,42		10,33
175	0,0087	13,87	13,83±0,04	14,50
	0,0088	13,83		14,67
	0,0089	13,79		14,83
200	0,0123	14,87	14,79±0,08	20,50
	0,0125	14,79		20,83
	0,0127	14,71		21,17

Lampiran G. Contoh Perhitungan Data

G.1 Penentuan Pengaruh pH

1. Konsentrasi Pb^{2+} sebelum adsorpsi

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

$$100 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} = C_o \times 25 \text{ mL}$$

$$C_o = 40 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi Pb^{2+} setelah adsorpsi

- Persamaan regresi linear

$$y = 0,006x$$

- Faktor pengenceran larutan Pb^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 25x$$

- $y = 0,006x$

$$A = (0,006 \times [Pb^{2+}])$$

$$0,0029 = (0,006 \times C_s)$$

$$C_s = \frac{0,0029}{0,006} \times 25$$

$$C_s = 12,0833 \text{ mg/L}$$

3. Persen Pb^{2+} teradsorpsi

$$\% Pb = \frac{(C_o - C_s)}{C_o} \times 100\%$$

$$= \frac{(40 - 12,0833)}{40} \times 100\%$$

$$= 69,7916\%$$

4. Jumlah Pb^{2+} teradsorpsi

$$\text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

$$\text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(40 - 12,0833) \times 0,025}{0,1} \text{ mg/g}$$
$$= 6,9792 \text{ mg/g}$$

G.2 Penentuan Pengaruh Waktu Kontak

1. Konsentrasi Pb^{2+} sebelum adsorpsi

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

$$100 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} = C_o \times 25 \text{ mL}$$

$$C_o = 40 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi Pb^{2+} setelah adsorpsi

- Persamaan regresi linear

$$y = 0,006x$$

- Faktor pengenceran larutan Pb^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{10 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 10x$$

- $y = 0,006x$

$$A = (0,006 \times [Pb^{2+}])$$

$$0,0060 = (0,006 \times Cs)$$

$$Cs = \frac{0,0060}{0,006} \times 10$$

$$Cs = 10,0000 \text{ mg/L}$$

3. Persen Pb^{2+} teradsorpsi

$$\% Pb = \frac{(Co - Cs)}{Co} \times 100\%$$

$$= \frac{(40 - 10,0000)}{40} \times 100\%$$

$$= 75,0000 \%$$

4. Jumlah Pb^{2+} teradsorpsi

$$\text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(Co - Cs) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

$$\text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(40 - 10,0000) \times 0,025}{0,1} \text{ mg/g}$$
$$= 7,5000 \text{ mg/g}$$

G.3 Penentuan Pengaruh Konsentrasi

1. Konsentrasi Pb^{2+} sebelum adsorpsi

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

$$25 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} = Co \times 25 \text{ mL}$$

$$Co = 10 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi Pb^{2+} setelah adsorpsi

- Persamaan regresi linear

$$y = 0,006x$$

- Faktor pengenceran larutan Pb^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{10 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 10x$$

- $y = 0,006x$
 $A = (0,006 \times [Pb^{2+}])$
 $0,0037 = (0,006 \times Cs)$

$$Cs = \frac{0,0037}{0,006} \times 10$$

$$Cs = 6,1667 \text{ mg/L}$$

3. Persen Pb^{2+} teradsorpsi

$$\begin{aligned} \% Pb &= \frac{(Co-Cs)}{Co} \times 100\% \\ &= \frac{(10-6,1667)}{10} \times 100\% \\ &= 38,3333\% \end{aligned}$$

4. Jumlah Pb^{2+} teradsorpsi

$$\text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(Co-Cs) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

$$\begin{aligned} \text{jumlah } Pb^{2+} \text{ teradsorpsi} &= \frac{(10-6,1667) \times 0,025}{0,1} \text{ mg/g} \\ &= 0,9583 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Lampiran H. Uji Statistik
H.1 Penentuan pH Optimum
Tabel H.1 Data variasi pH

pH	Pb^{2+} teradsorpsi (%)	Rata – rata ± SD (%)
2	69,79	70,14±0,60
	70,83	
	69,79	
3	78,13	78,47±0,60
	78,13	
	79,17	
4	85,42	86,46±1,04
	87,50	
	86,46	
5	68,75	68,40±0,60
	68,75	
	67,71	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh pH terhadap persen adsorpsi Pb^{2+} , perlu dilakukan analisis menggunakan uji F dengan pola RAL sebagai berikut:

a. Menghitung FK

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{n \times p}$$

$$FK = \frac{(910,4167)^2}{3 \times 4} = 69071,54$$

b. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

a. Jumlah kuadrat total (JKT)

$$JKT = (\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2 - FK$$

$$JKT = [(69,7916)^2 + \dots + (67,7083)^2] - 69071,5422$$

$$= 626,8084$$

b. Jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{n} - FK$$

$$JKP = \frac{[(210,4167)^2 + \dots + (205,2083)^2]}{3} - 69071,5422$$

$$JKP = 622,4682$$

c. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP$$

$$JKG = 626,8084 - 622,4682$$

$$JKG = 4,3403$$

c. Menghitung kuadrat tengah (KT)

a. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1} = \frac{622,4682}{3} = 207,4894$$

b. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)} = \frac{4,3403}{6} = 0,5425$$

c. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{207,4894}{0,5425}$$

$$F \text{ hitung perlakuan} = 382,4444$$

$$F \text{ tabel } 5\% = 4,0662$$

Analisa sidik ragam satu arah pada penentuan pH optimum oleh adsorben kitin tersaji pada tabel L.G.1.2.

Tabel H.2 Analisa ragam pada penentuan pH optimum

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	3	622,4682	207,4894	382,4444	4,0662
Galat	6	4,3403	0,5425		
Total	9				

Karena $F_{hitung} > F_{tabel 5\%}$ maka H_0 ditolak. Hal ini berarti pH memiliki pengaruh nyata pada persen Pb^{2+} teradsorpsi. Untuk mengetahui pH mana yang berpengaruh, maka perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 5\%$.

$$t_{(\alpha/2, dB_{galat})} = 2,306$$

$$BNT_{(\alpha)} = t_{tabel(\alpha/2, dB_{galat})} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{tabel(0,05/2, 12)} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{tabel(0,025, 12)} \times \sqrt{\frac{2 \times 0,5425}{3}} = 1,3868$$

Dari nilai BNT di atas, perlu dilakukan perhitungan selisih nilai tengah untuk mengetahui variasi mana yang memberikan beda nyata. Selisih nilai tengah tersaji dalam Tabel H 3.

Tabel H.3 Uji Beda Nyata Terkecil pada Variasi pH

pH	pH	5	2	3	4
	Rata-rata	68,40	70,14	78,47	86,46
5	68,40	0			
2	70,14	1,74*	0		
3	78,47	10,07*	8,33*	0	
4	86,46	18,06*	16,32*	7,99*	0

Keterangan : * = berbeda nyata pada taraf kesalahan 5%

Kesimpulan : persen Pb^{2+} teradsorpsi menunjukkan perbedaan nyata pada semua pH.

H.2 Penentuan Waktu Kontak optimum

Tabel H.4 Data variasi Waktu Kontak

Waktu Kontak	Pb ²⁺ teradsorpsi (%)	Rata – rata ± SD (%)
20 menit	75,00	74,44±0,64
	74,58	
	73,75	
40 menit	76,67	76,67±0,42
	77,08	
	76,25	
60 menit	86,25	86,11±0,24
	85,83	
	86,25	
80 menit	84,17	84,03±0,24
	84,17	
	83,75	
100 menit	80,83	80,69±0,24
	80,42	
	80,83	
120 menit	77,50	77,36±0,64
	77,92	
	76,67	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh waktu kontak terhadap persen adsorpsi Pb²⁺, perlu dilakukan analisis menggunakan uji F dengan pola RAL sebagai berikut:

a. Menghitung FK

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{n \times p}$$

$$FK = \frac{(1437,9167)^2}{3 \times 6} = 114866,9078$$

b. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

a. Jumlah kuadrat total (JKT)

$$JKT = (\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2 - FK$$

$$\text{JKT} = [(75,000)^2 + \dots + (76,6667)^2] - 114866,9078$$

$$= 311,0436$$

b. Jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

$$\text{JKP} = \frac{\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{n} - \text{FK}$$

$$\text{JKP} = \frac{[(223,3333)^2 + \dots + (232,0833)^2]}{3} - 114866,9078$$

$$\text{JKP} = 308,7288$$

c. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$\text{JKG} = \text{JKT} - \text{JKP}$$

$$\text{JKG} = 311,0436 - 308,7288$$

$$\text{JKG} = 2,3148$$

c. Menghitung kuadrat tengah (KT)

a. KT perlakuan (KTP)

$$\text{KTP} = \frac{\text{JKP}}{p-1} = \frac{308,7288}{5} = 61,7457$$

b. KT galat (KTG)

$$\text{KTg} = \frac{\text{JKG}}{p(n-1)} = \frac{2,3148}{12} = 0,1929$$

c. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{\text{KTP}}{\text{KTG}} = \frac{61,7457}{0,1929}$$

$$F \text{ hitung perlakuan} = 320,0900$$

$$F \text{ tabel } 5\% = 3,1059$$

Analisa sidik ragam satu arah pada penentuan waktu kontak optimum oleh adsorben kitin terfosforilasi tersaji pada tabel H.4

Tabel H.5 Analisa Ragam pada Penentuan Waktu Kontak

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	308,7288	61,7457	320,0900	3,1059
Galat	12	2,3148	0,1929		
Total	17				

Karena $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel } 5\%}$ maka H_0 ditolak. Hal ini berarti waktu kontak memiliki pengaruh nyata pada persen Pb^{2+} teradsorpsi. Untuk mengetahui waktu kontak mana yang berpengaruh, maka perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 5\%$.

$$t_{(\alpha/2, \text{dBgalat})} = 2,179$$

$$BNT_{(\alpha)} = t_{\text{tabel } (\alpha/2, \text{dBgalat})} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{\text{tabel } (0,05/2, 12)} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{\text{tabel } (0,025, 12)} \times \sqrt{\frac{2 \times 0,1929}{3}} = 0,7813$$

Dari nilai BNT di atas, perlu dilakukan perhitungan selisih nilai tengah untuk mengetahui variasi mana yang memberikan beda nyata. Selisih nilai tengah tersaji dalam Tabel H.6

Tabel H.6 Uji Beda Nyata Terkecil pada Penentuan Waktu Kontak Optimum

Waktu Kontak	Waktu Kontak	20	40	120	100	80	60
	rataan	74,44	76,67	77,36	80,69	84,03	86,11
20	74,44	0					
40	76,67	2,22*	0				
120	77,36	2,92*	0,69	0			
100	80,69	6,25*	4,03*	3,33*	0		
80	84,03	9,58*	7,36*	6,67*	3,33*	0	
60	86,11	11,67*	9,44*	8,75*	5,42*	2,08*	0

Keterangan : * = berbeda nyata pada taraf kesalahan 5%

Kesimpulan : persen Pb²⁺ teradsorpsi menunjukkan perbedaan nyata pada semua waktu kontak kecuali pada waktu kontak 40 dan 120 menit.

H.3 Penentuan Konsentrasi optimum

Tabel H.7 Data variasi Konsentrasi

Konsentrasi (mg/L)	Jumlah Pb ²⁺ teradsorpsi (mg/g)	Rata-rata Pb ²⁺ teradsorpsi ± SD	Rata-rata Cs (mg/L)
25	0,96	0,94±0,02	6,22
	0,96		
	0,92		
50	3,25	3,28±0,02	6,89
	3,29		
	3,39		
75	5,50	5,53±0,05	7,89
	5,50		
	5,58		
100	7,88	7,83±0,04	8,67
	7,83		
	7,79		
125	10,04	10,21±0,19	9,17
	10,17		
	10,42		
150	12,33	12,35±0,06	10,61
	12,29		
	12,42		
175	13,88	13,83±0,04	14,67
	13,83		
	13,79		
200	14,88	14,79±0,08	20,83
	14,79		
	14,71		

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh konsentrasi sisa terhadap jumlah adsorpsi Pb²⁺, perlu dilakukan analisis menggunakan uji F dengan pola RAL sebagai berikut:

a. Menghitung FK

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{n \times p}$$
$$FK = \frac{(206,2916)^2}{3 \times 8} = 1773,1771$$

b. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

a. Jumlah kuadrat total (JKT)

$$JKT = (\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2 - FK$$
$$JKT = [(0,9583)^2 + \dots + (14,7083)^2] - 1773,1771$$
$$= 538,0468$$

b. Jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{n} - FK$$
$$JKP = \frac{[(2,8333)^2 + \dots + (44,3749)^2]}{3} - 1773,1771$$
$$JKP = 537,938$$

c. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP$$
$$JKG = 538,0468 - 537,938$$
$$JKG = 0,1088$$

c. Menghitung kuadrat tengah (KT)

a. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1} = \frac{537,938}{7} = 76,8483$$

b. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)} = \frac{0,1088}{16} = 0,0068$$

d. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{76,8483}{0,0068}$$

$$F \text{ hitung perlakuan} = 11301,6$$

$$F \text{ tabel } 5\% = 2,6572$$

Analisa sidik ragam satu arah pada penentuan konsentrasi optimum oleh adsorben kitin terfosforilasi tersaji pada tabel H.8

Tabel H.8 Analisa Ragam pada Penentuan Konsentrasi

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	8	537,938	76,8483	11301,6	2,6572
Galat	16	0,1088	0,0068		
Total	24				

Karena $F_{hitung} > F_{tabel 5\%}$ maka H_0 ditolak. Hal ini berarti konsentrasi memiliki pengaruh nyata pada Pb^{2+} teradsorpsi. Untuk mengetahui konsentrasi yang berpengaruh, maka perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 5\%$.

$$t_{(\alpha/2, dBgalat)} = 2,1199$$

$$BNT_{(\alpha)} = t_{tabel(\alpha/2, dBgalat)} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{tabel(0,05/2, 12)} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{tabel(0,025, 12)} \times \sqrt{\frac{2 \times 0,0068}{3}} = 0,0081$$

Dari nilai BNT di atas, perlu dilakukan perhitungan selisih nilai tengah untuk mengetahui variasi mana yang memberikan beda nyata. Selisih nilai tengah tersaji dalam Tabel H.9

Tabel H.9 Uji Beda Nyata Terkecil pada Penentuan Konsentrasi Optimum

Cs	Cs	6,22	6,89	7,89	8,67	9,16	10,6	14,6	20,8
	Q	0,94	3,28	5,53	7,83	10,2	12,3	13,8	14,8
6,22	0,94	0							
6,89	3,28	2,33 *	0						
7,89	5,53	4,58 *	2,25 *	0					
8,67	7,83	6,89 *	4,56 *	2,31 *	0				
9,16	10,2	9,26 *	6,93 *	4,68 *	2,38 *	0			
10,6	12,3	11,4 *	9,07 *	6,82 *	4,51 *	2,14 *	0		
14,6	13,8	12,9 *	10,5 *	8,31 *	6,00 *	3,63 *	1,48 *	0	
20,8	14,8	13,8 *	11,5 *	9,26 *	6,96 *	4,58 *	2,44 *	0,95 *	0

Keterangan : * = berbeda nyata pada taraf kesalahan 5%

Kesimpulan : jumlah Pb²⁺ teradsorpsi menunjukkan perbedaan nyata pada semua konsentrasi.