



**SINTESIS SILIKA-KITOSAN BEAD UNTUK MENURUNKAN  
KADAR ION Cd(II) DAN Ni(II) DALAM LARUTAN**

**SKRIPSI**

disusun dalam rangka penyelesaian studi strata 1  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

oleh  
Seta Kahardian Ardana  
4311409014

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2013**

## **PERNYATAAN**

Penulis menyatakan bahwa Skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka penulis bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, 13 September 2013

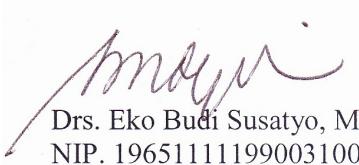
Penulis



## **PERSETUJUAN PEMBIMBING**

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Pembimbing Utama



Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si  
NIP. 196511111990031003

Semarang, 13 September 2013  
Pembimbing Pendamping



F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si  
NIP. 196912171997022001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis Silika-Kitosan *Bead* Untuk Menurunkan Kadar Ion Cd(II) Dan  
Ni(II) dalam Larutan

disusun oleh

Nama : Seta Kahardian Ardana

NIM : 4311409014

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas  
Negeri Semarang pada tanggal 18 September 2013



Ketua Pengaji

Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Anggota Pengaji/  
Pembimbing Utama

Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si  
NIP. 196511111990031003

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Anggota Pengaji/  
Pembimbing Pendamping

F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si  
NIP. 196912171997022001

## **MOTTO DAN PERSEMBAHAN**

### **MOTTO**

**“TETAP SEMANGAT DAN TERUS BERUSAHA MESKI TERHADANG  
OLEH HALANGAN DAN RINTANGAN YANG BERAT SEKALIPUN”**

### **PERSEMBAHAN**

Aku persembahkan karyaku ini kepada:

1. Ayah, ibu, dan adikku tersayang  
yang selalu memberikan doa,  
dukungan, serta kasih sayang  
mereka.
2. Afriani yang senantiasa memberikan  
kasih sayang yang melimpah.
3. Teman Kos Molorbolo Ulil, Rudi,  
Alan, Fajar, Firdaus yang selalu  
memberikan dukungan semangat.
4. Teman-teman KIMIA 2009 yang  
selalu mengingatkan dan  
memberikan dukungan semangat.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul **SINTESIS SILIKA-KITOSAN BEAD UNTUK MENURUNKAN KADAR ION Cd(II) DAN Ni(II) DALAM LARUTAN.**

Selama penyusunan Skripsi ini, penulis telah banyak menerima bantuan, kerjasama, dan sumbangsan dalam bentuk apapun dari berbagai pihak. Maka dari itu penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Prodi Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
4. Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si., selaku Pembimbing I yang telah memberikan ilmu, petunjuk, dan bimbingan dengan penuh kesabaran sehingga Skripsi ini dapat terselesaikan.
5. F. Widhi Mahatmanti, S.Si., M.Si., selaku Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran dalam penyusunan Skripsi ini menjadi lebih baik.
6. Dra. Woro Sumarni, M.Si., selaku Penguji Utama yang telah memberikan arahan, bimbingan, dan masukan dalam menyusun Skripsi ini menjadi lebih baik.
7. Seluruh pihak yang telah membantu penyelasaian Skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan srtai dapat memberikan kontribusi positif bagi perkembangan ilmu pengetahua dalam dunia penelitian.

Penulis

## ABSTRAK

Ardana, Seta Kahardian. 2013. *Sintesis Silika-Kitosan Bead Untuk Menurunkan Kadar Ion Cd(II) dan Ni(II) Dalam Larutan.* Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si. dan Pembimbing Pendamping F. Widhi Mahatmanti S.Si., M.Si.

Telah dilakukan sintesis silika-kitosan *bead* yang digunakan sebagai adsorben untuk mengurangi kadar ion logam Cd(II) dan Ni(II) dalam larutan. Kajian yang dilakukan meliputi optimasi adsorben pada variasi pH, waktu kontak, dan konsentrasi logam. Silika-kitosan *bead* dibuat dengan variasi komposisi silika dan kitosan 2:0; 2:1; 2:2; 1:2; dan 0:2. Metode yang digunakan dalam interaksi adsorben dengan larutan yaitu metode *batch*. Pada penentuan pH optimum diperoleh pH 5 sebagai pH optimum untuk kedua larutan logam. Waktu kontak optimum untuk larutan logam Cd(II) yaitu 60 menit dan untuk larutan logam Ni(II) yaitu 50 menit. Kapasitas adsorpsi untuk logam Cd(II) sebesar  $7,31797 \times 10^{-5}$  mol/g pada adsorben dengan komposisi silika-kitosan 1:2 dan logam Ni(II) sebesar  $7,61441 \times 10^{-5}$  mol/g pada adsorben dengan komposisi silika-kitosan 1:2. Selanjutnya dilakukan karakterisasi silika-kitosan *bead* 2:0; 1:2; dan 0:2 dengan menggunakan FT-IR dan XRD.

Kata kunci: silika-kitosan bead, ion logam Cd(II), ion logam Ni(II), kapasitas adsorpsi.

## ABSTRACT

Ardana, Seta Kahardian. 2013. *Synthesis Silica-Chitosan Bead For Decrease Cd(II) and Ni(II) Ion from Aqueous Solution*. Skripsi. Chemistry. Department Faculty of Mathematics and Science. Semarang State University. Advisor Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si., and Co-Advisor F. Widhi Mahatmanti S.Si., M.Si.

Have performed the synthesis of silica-chitosan beads were used as an adsorbent to reduce the levels of metal ions Cd(II) and Ni(II) in solution. The study was conducted on the optimization of the adsorbent on the variation of pH, contact time, and the concentration of the metal. Silica-chitosan beads made with silica and chitosan composition variations 2:0; 2:1; 2:2, 1:2, and 0:2. The method used in the solution of the interaction with the adsorbent batch method. In the determination of the optimum pH obtained pH 5 as pH optimum solution for both metal. The optimum contact time for the solution of metals Cd(II) is 60 minutes and for a solution of Ni(II) is 50 minutes. Adsorption capacity for Cd(II) of  $7.31797 \times 10^{-5}$  mol/g of the adsorbent with silica-chitosan composition 1:2 and Ni(II) of  $7.61441 \times 10^{-5}$  mol/g of the adsorbent with the composition of silica-chitosan 1:2. Then silica-chitosan bead with variation 2:0; 1:2; and 0:2 are tested using FT-IR and XRD.

Keywords: silica-chitosan beads, metal ions Cd(II), metal ions Ni(II), the adsorption capacity.

## DAFTAR ISI

|   | Halaman |
|---|---------|
| PERNYATAAN .....  | ii      |
| PERSETUJUAN PEMBIMBING .....                            | iii     |
| PENGESAHAN.....   | iv      |
| MOTTO DAN PERSEMBAHAN.....                              | v       |
| KATA PENGATAR .....                                     | vi      |
| ABSTRAK .....   | vii     |
| DAFTAR ISI .....  | ix      |
| DAFTAR TABEL .....                                      | xi      |
| DAFTAR GAMBAR.....                                      | xii     |
| DAFTAR LAMPIRAN .....                                   | xiii    |
| BAB 1. PENDAHULUAN .....                                | 1       |
| 1.1 Latar Belakang Masalah .....                        | 1       |
| 1.2 Rumusan Masalah .....                               | 4       |
| 1.3 Tujuan Penelitian .....                             | 4       |
| 1.4 Manfaat Penelitian .....                            | 5       |
| BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA .....                           | 6       |
| 2.1 Abu Sekam Padi.....                                 | 6       |
| 2.2 Silika.....   | 7       |
| 2.3 Kitosan.....  | 9       |
| 2.4 Silika-Kitosan <i>Bead</i> .....                    | 10      |
| 2.5 Ion Logam Cd(II).....                               | 11      |
| 2.6 Ion Logam Ni(II).....                               | 12      |
| 2.7 Metode Karakterisasi.....                           | 13      |
| BAB 3. METODE PENELITIAN .....                          | 15      |
| 3.1 Variabel Penelitian.....                            | 15      |
| 3.2 Alat dan Bahan.....                                 | 15      |
| 3.3 Prosedur Penelitian.....                            | 16      |
| BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....                       | 21      |
| 4.1 Penentuan Silika Pada Larutan Natrium Silikat ..... | 21      |

|  |    |
|--|----|
| 4.2 Sintesis Silika-Kitosan Bead .....   | 23 |
| 4.3 Penentuan pH Optimum .....           | 25 |
| 4.4 Penentuan Waktu Kontak Optimum ..... | 28 |
| 4.5 Penentuan Konsentrasi Optimum .....  | 31 |
| 4.6 Karakterisasi FT-IR.....             | 37 |
| 4.7 Karakterisasi XRD .....              | 39 |
| BAB 5. PENUTUP .....                     | 42 |
| 5.1 Simpulan .....                       | 42 |
| 5.2 Saran .....                          | 44 |
| DAFTAR PUSTAKA .....                     | 45 |
| LAMPIRAN .....                           | 48 |

## DAFTAR TABEL

| Tabel  | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Komposisi abu sekam padi .....   | 7       |
| 3.1 Komposisi (b/b) pembuatan silika-kitosan <i>bead</i> .....                                 | 17      |
| 4.1 Data konsentrasi Si dalam larutan Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> .....                   | 23      |
| 4.2 Komposisi (b/b) pembuatan silika-kitosan <i>bead</i> .....                                 | 23      |
| 4.3 Data penyerapan logam Cd(II) pada pH optimum.....  | 27      |
| 4.4 Data penyerapan logam Ni(II) pada pH optimum .....   | 28      |
| 4.5 Data penyerapan logam Cd(II) pada waktu kontak optimum.....                                | 30      |
| 4.6 Data penyerapan logam Ni(II) pada waktu kontak optimum .....                               | 31      |
| 4.7 Data penyerapan logam Cd(II) pada konsentrasi optimum.....                                 | 33      |
| 4.8 Data kapasitas adsorpsi logam Cd(II) untuk masing-masing variasi komposisi adsorben .....  | 33      |
| 4.9 Data penyerapan logam Ni(II) pada konsentrasi optimum .....                                | 36      |
| 4.10 Data kapasitas adsorpsi logam Ni(II) untuk masing-masing variasi komposisi adsorben ..... | 36      |

## DAFTAR GAMBAR

| Gambar   | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Struktur kitosan.....                                      | 9       |
| 2.2 Hasil karakterisasi FT-IR kitosan murni .....              | 13      |
| 2.3 Hasil XRD silika bentuk amorf .....                        | 14      |
| 4.1 Kurva penentuan pH optimum logam Cd(II) .....              | 26      |
| 4.2 Kurva penentuan pH optimum logam Ni(II) .....              | 27      |
| 4.3 Kurva penentuan waktu kontak optimum logam Cd(II) .....    | 29      |
| 4.4 Kurva penentuan waktu kontak optimum logam Ni(II) .....    | 30      |
| 4.5 Kurva penentuan konsentrasi optimum logam Cd(II) .....     | 32      |
| 4.6 Kurva penentuan konsentrasi optimum logam Ni(II) .....     | 35      |
| 4.7 Spektras FT-IR silika-kitosan bead 2:0; 1:2; dan 0:2 ..... | 38      |
| 4.8 Difraktogram silika-kitosan bead 0:2; 1:2; dan 2:0 .....   | 40      |

## DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran  | Halaman |
|---|---------|
| 1. Pembuatan Abu Sekam Padi .....                           | 48      |
| 2. Pembuatan Larutan Natrium Silikat.....                   | 49      |
| 3. Pembuatan Larutan Kitosan .....                          | 50      |
| 4. Pembuatan Silika-Kitosan <i>Bead</i> .....               | 51      |
| 5. Penentuan pH Optimum .....                               | 52      |
| 6. Penentuan Waktu Kontak Optimum .....                     | 53      |
| 7. Penentuan Konsentrasi Optimum .....                      | 54      |
| 8. Karakterisasi Adsorben Silika-Kitosan <i>Bead</i> .....  | 55      |
| 9. Penentuan Silika Pada Laruta Natrium Silikat .....       | 56      |
| 10. Pembuatan Kurva Kalibrasi.....                          | 58      |
| 11. Penentuan pH Optimum .....                              | 62      |
| 12. Penentuan Waktu Kontak Optimum .....                    | 65      |
| 13. Penentuan Konsentrasi Optimum .....                     | 68      |
| 14. Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan <i>Bead</i> 2:0..... | 77      |
| 15. Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan <i>Bead</i> 1:2..... | 78      |
| 16. Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan <i>Bead</i> 0:2..... | 79      |
| 17. Karakterisasi XRD Silika-Kitosan <i>Bead</i> 2:0 .....  | 80      |
| 18. Karakterisasi XRD Silika-Kitosan <i>Bead</i> 2:0 .....  | 84      |
| 19. Karakterisasi XRD Silika-Kitosan <i>Bead</i> 1:2 .....  | 88      |

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang Masalah**

Padi merupakan salah satu hasil utama pertanian, disamping mampu mencukupi kebutuhan pangan, produksi padi juga menghasilkan limbah berupa sekam padi. Pemanfaatan sekam padi masih terbatas sebagai bahan bakar pembuatan batu bata. Pembakaran sekam padi akan menghasilkan abu sekam padi. Berdasarkan penelitian Kalapathy dkk. (2000) abu sekam padi mengandung kadar silika cukup tinggi (87-97%). Mengingat tingginya kandungan silika dalam abu sekam padi maka dilakukan suatu upaya untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika (Mujiyanti, dkk., 2010)

Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya dan aplikasinya sangat luas mulai dari bidang elektronik, mekanik, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan serbuk silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk keramik seni (Harsono, 2002).

Salah satu bahan berbasis silika adalah silika gel. Silika gel merupakan salah satu adsorben yang paling sering digunakan dalam proses adsorpsi. Hal ini disebabkan oleh mudahnya silika diproduksi dan sifat permukaan (struktur geometri pori dan sifat kimia pada permukaan) yang dapat dengan

mudah dimodifikasi (Fahmiati dkk., 2006). Kelemahan penggunaan silika gel adalah rendahnya kemampuan permukaannya dalam berinteraksi dengan ion logam berat sehingga silika gel tidak mampu berfungsi sebagai adsorben yang efektif untuk ion logam berat (Astuti dkk., 2012).

Kitosan merupakan salah satu produk alam yang merupakan turunan kitin. Kitosan merupakan biopolimer yang didapatkan melalui proses deasetilasi kitin yang mengandung lebih dari 500 unit glukosamin (Rabea dkk., 2003). Menurut Cahyaningrum, dkk. (2008) kitosan mempunyai kemampuan untuk mengikat ion-ion logam, terutama logam transisi melalui pembentukan ikatan koordinasi. Kemampuan adsorpsi kitosan dihubungkan dengan adanya gugus hidroksi (-OH) dan amina (-NH<sub>2</sub>), serta adanya gugus amida (-NHCOCH<sub>3</sub>) pada kitin yang masing-masing dapat bertindak sebagai ligan jika berinteraksi dengan logam (Cahyaningrum dkk., 2008).

Menurut Sriyanti (2005), amino-silika dapat mengadsorpsi ion logam Ni(II) sebesar 0,106 mol/g adsorben. Purwaningsih (2009) melaporkan bahwa modifikasi pada permukaan silika gel dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi ion logam Ni(II). Berdasarkan penelitian Meriatna (2008), membran kitosan mampu menurunkan kadar logam Ni sebesar 99,13% pada waktu kontak 30 menit dan pada konsentrasi kitosan 2%. Farda dan Maharani (2013) menentukan pH optimum dan kapasitas adsorpsi ion logam Ni(II) oleh komposit kitosan-alumina, nilai pH optimum adsorpsi dihasilkan pada pH 5 dengan daya adsorpsi sebesar 30,275%.

Penambahan silika yang berlebih mampu meningkatkan ukuran pori adsorben sehingga dapat lebih banyak mengadsorpsi ion logam Cd(II) (Indrawati dan Cahyaningrum, 2013). Azmiyawati dkk. (2005) melakukan modifikasi silika gel untuk mengadsorpsi ion logam Cd(II), didapatkan silika yang mengalami modifikasi lebih cepat dan lebih tinggi dalam mengadsorpsi ion logam Cd(II) daripada silika tanpa modifikasi dengan kapasitas adsorpsi 0,0208 mol/g untuk silika termodifikasi dan 0,0156 mol/g untuk silika tanpa modifikasi. Mahmudah dan Cahyaningrum (2013) melaporkan adsorpsi ion logam Cd(II) oleh kitosan *bead* dan kitosan-silika *bead* mencapai kesetimbangan pada waktu interaksi 75 menit dengan konstanta laju adsorpsi untuk kitosan *bead* sebesar 10801,447 g/mol.min dan kitosan-silika *bead* pada waktu interaksi 45 menit sebesar 3625,625 g/mol.min. Lestari dan Sanova (2011) melaporkan penyerapan logam kadmium dengan menggunakan kitosan didapatkan efisiensi serapan 57,07%.

Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan bahan penyerap logam berbasis silika dengan penambahan bahan yang memiliki situs aktif berupa kitosan ke dalam bahan tersebut. Penambahan kitosan diharapkan dapat meningkatkan kemampuan silika dalam menjerap ion logam berat dalam larutan. Logam berat yang akan dijerap yaitu ion logam Cd(II) dan Ni(II), karena kedua logam tersebut bersifat toksik dan menurut *HSAB* oleh Pearson tergolong dalam asam lunak dan asam madya/menengah yang dapat melakukan ikatan kovalen

koordinasi dengan gugus organik aktif pada kitosan yaitu gugus amina (-NH<sub>2</sub>) yang bersifat basa keras menurut HSAB. Bahan yang dibuat berbentuk *bead* yang berupa butiran-butiran kecil dengan jari-jari pori besar. Pembuatan adsorben menjadi bentuk *bead* didasarkan pada penelitian Cahyaningrum dkk. (2008), dimana Cahyaningrum, dkk. (2008) telah membandingkan antara kitosan bentuk serbuk dan bentuk *bead*, pada bentuk *bead* terjadi perubahan pada sifat fisik dari kitosan serbuk yaitu jari-jari pori *bead* jauh lebih besar dibanding jari-jari pori kitosan. Hasil tersebut memberi peluang *bead* untuk dapat mengadsorpsi ion logam lebih banyak.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh komposisi silika dan kitosan pada sintesis silika-kitosan *bead* terhadap karakterisasinya?
2. Berapa pH optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*?
3. Berapa waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*?
4. Berapa konsentrasi optimum ion logam Cd(II) dan Ni(II) yang dapat terjerap oleh silika-kitosan *bead*?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh komposisi silika dan kitosan pada sintesis silika-kitosan *bead* terhadap karakterisasinya.

2. Mengetahui pH optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*.
3. Mengetahui waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*.
4. Mengetahui konsentrasi optimum ion logam Cd(II) dan Ni(II) yang dapat terjerap oleh silika-kitosan *bead*.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini yaitu :

1. Memberikan informasi mengenai komposisi silika dan kitosan yang paling sesuai untuk sintesis silika-kitosan *bead*.
2. Memberikan informasi tentang adsorben berbasis silika.
3. Memberikan informasi tentang adsorben bentuk *bead*.
4. Memberikan informasi mengenai pH optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*.
5. Memberikan informasi mengenai waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead*.
6. Memberikan informasi mengenai konsentrasi optimum ion logam Cd(II) dan Ni(II) yang dapat terjerap oleh silika-kitosan *bead*.

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Abu Sekam Padi**

Sekam merupakan bagian terluar dari butir padi. Sekam juga merupakan hasil sampingan yang terbesar dalam proses penggilingan padi. Pada umumnya sekam tersebut dibakar atau terbuang begitu saja. Usaha untuk memanfaatkan sekam padi masih sangat terbatas, bahkan sekam dianggap polusi jika dibakar, karena menimbulkan asap yang tidak diinginkan. Menurut Iswari (2005) hampir semua sekam berwarna kuning, tetapi ada beberapa yang berwarna coklat atau kemerahan. Sekam tahan terhadap kelembaban dan lebih sulit menyerap air. Hal ini disebabkan oleh tingginya kandungan silika pada bagian luar sekam. Lapisan silika ini juga menyebabkan kekerasan yang tinggi pada sekam.

Sekam padi merupakan lapisan keras, kasar, dan berwarna coklat keemasan yang membungkus butir beras. Pada proses penggilingan gabah, sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Menurut Harsono (2002) sekitar 20% dari bobot padi adalah sekam padi dan sekitar 15% dari bobot sekam padi adalah abu sekam yang dihasilkan setiap kali sekam dibakar.

Menurut Houston (1972), sekam padi yang telah mengalami pembakaran akan berubah menjadi abu sekam padi. Abu yang dihasilkan berwarna keputih-putihan sebanyak 13,16-29,04% dari berat sekam yang

dibakar dan mengandung silika sebagai komponen utama. Pada umumnya kadar silika dalam abu sekam padi berkisar antara 86,9-97,80% (Iswari, 2005). Berikut ini merupakan komposisi abu sekam padi dari pembakaran sekam padi :

Tabel 2.1 Komposisi abu sekam padi (Houston, 1972 dalam Iswari, 2005)

| Komponen                       | % berat kering |
|--------------------------------|----------------|
| SiO <sub>2</sub>               | 86,9 – 97,80   |
| K <sub>2</sub> O               | 0,58 – 2,50    |
| Na <sub>2</sub> O              | 0 – 1,75       |
| CaO                            | 0,20 – 1,50    |
| MgO                            | 0,12 – 1,96    |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0 – 0,54       |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  | 0,20 – 2,84    |
| SO <sub>3</sub>                | 0,10 – 1,13    |
| Cl                             | 0 – 0,42       |

Penggunaan abu sekam padi sebagai bahan pembuatan sol silika merupakan solusi yang efisien dan tepat untuk pengolahan limbah hasil penggilingan padi, karena abu sekam padi memiliki kandungan silika yang banyak dan memadai untuk pembuatan bahan berbasis silika.

## 2.2. Silika

Bentuk umum silika, SiO<sub>2</sub> adalah *quartz* (kuarsa) yang terdapat pada sebagian besar batu-batuan sedimen alam dari batuan metamorfik, pasir juga merupakan bentuk lain dari silika (Arifiani, 2012). Silika berupa padatan yang meleleh pada kira-kira 1600°C dan mendidih pada 2230°C. Semua modifikasi kristalin silika berupa senyawa polimerik tiga dimensi dengan jaringan ikatan kovalen Si-O membentuk suatu molekul raksasa, jaringan ini

mengandung spesies “penghubung” tetrahedral  $\text{SiO}_4$ , dengan tiap atom Si diikat oleh empat atom O dan tiap atom O diikat oleh dua atom Si (Rapierna, 2012). Dikenal dua macam silika, yaitu amorf dan kristal. Silika amorf bervariasi dalam derajat hidrasinya, sedang silika kristal terdiri dari bermacam jenis kwarsa, tridmit, dan kristobalit yang merupakan akibat dari modifikasi temperatur dari rendah ke tinggi yang merubah simetri kristal dan kerapatannya (Handoyo, 1996)

Silika mempunyai kelebihan tersendiri dibanding bahan yang lain, karena secara kimia bersifat inert hidrofobik dan transparan. Selain itu juga menunjukkan kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi dan tidak mengembang dalam pelarut organik (Bhatia, 2000). Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, dan lain-lain. Selain pemanfaatan diatas, silika juga dapat dimanfaatkan sebagai bahan penjerap logam berat berupa silika gel, membran, dan *bead*.

Silika memiliki sifat fisik dan sifat kimia, yaitu :

1. Sifat fisik

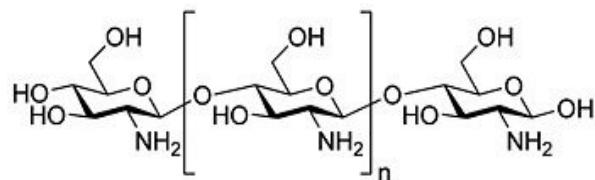
Silika mempunyai rumus molekul  $\text{SiO}_2$  dan berwarna putih. Titik leleh silika adalah  $1610^\circ\text{C}$ , sedangkan titik didihnya  $2320^\circ\text{C}$ , silika tidak larut dalam air dingin, air panas maupun alkohol tetapi dapat larut dalam HF (Handoyo, 1996)

2. Sifat kimia

- a. Silika bersifat stabil terhadap hidrogen kecuali fluorin dan juga inert terhadap semua asam kecuali HF, reaksi dengan HF akan menghasilkan asam silikon heksafluorid.
- b. Basa pekat misalnya NaOH dalam kondisi panas secara perlahan dapat mengubah silika menjadi silikat yang larut dalam air (Handoyo, 1996).

### 2.3. Kitosan

Kitosan merupakan biopolimer yang didapatkan melalui proses deasetilasi kitin yang mengandung lebih dari 500 unit glukosamin (Rabea dkk, 2003). Kitosan mempunyai derajat deasetilasi 80-90%, akan tetapi kebanyakan publikasi menggunakan istilah kitosan apabila derajat deasetilasi lebih besar 70% (Kaban, 2009).



Gambar 2.1 Struktur kitosan (Kaban, 2009)

Kitosan memiliki sifat mudah terdegradasi, *biocompatible*, tidak beracun dan memiliki aktivitas anti bakteri serta mudah diperoleh (Kurita, 2006). Kitosan merupakan polimer kationik dengan adanya gugus amina yang dapat berprotonasi dalam air, sehingga bermuatan positif yang memberikan kemampuan dapat mengikat muatan negatif yang berada disekelilingnya seperti lemak, kolesterol, ion logam, protein, dan makromolekul (Handayani, 2009). Kitosan tidak larut dalam suasana basa

dan netral, akan tetapi dapat bereaksi dengan asam organik dalam suasana asam (Rowe dkk., 2009).

Kitosan banyak digunakan dalam berbagai industri antara lain industri farmasi, kesehatan, biokimia, bioteknologi, pangan, pengolahan limbah, kosmetik, agroindustri, industri tekstil, industri perkayuan, dan industri kertas (Kaban, 2009). Menurut Kaban (2009), aplikasi khusus berdasarkan sifat yang dipunyai kitosan adalah untuk pengolahan limbah cair terutama sebagai bahan bersifat resin penukar ion untuk minimalisasi logam-logam berat, mengkoagulasi minyak/lemak, mengurangi kekeruhan, penstabil minyak, rasa dan lemak dalam produk industri pangan.

#### **2.4. Silika-Kitosan Bead**

Silika gel telah banyak digunakan sebagai adsorben pada proses adsorpsi disebabkan oleh adanya gugus aktif silanol ( $\equiv\text{Si}-\text{OH}$ ) dan siloksan ( $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$ ), namun bahan ini belum efektif untuk mengadsorpsi ion logam karena atom O yang merupakan situs aktif pada silika gel berukuran kecil dan memiliki polarisabilitas yang rendah, sehingga interaksi dengan logam berat yang pada umumnya berukuran besar dan memiliki polarisabilitas yang tinggi secara teoritis relatif kurang kuat (Wogo dkk., 2011). Berdasarkan kelemahan dari silika, perlu adanya modifikasi permukaan silika gel.

Modifikasi silika dilakukan dengan penambahan suatu bahan yang memiliki gugus aktif seperti kitosan. Kitosan adalah poli 2-Amino-2-Deoksi- $\beta$ -D-Glukosa. Rantai kitosan mempunyai gugus fungsi yang dapat

digunakan untuk berikatan dengan logam yaitu amina (-NH) dan hidroksil (-OH). Adanya gugus fungsi menyebabkan kitosan menjadi reaktif terhadap senyawa lain (Rahmi dan Julinawati, 2009).

*Bead* adalah mikrokapsul berbentuk sferis yang dibuat sebagai substrat padat (Khazaeli, 2008). Pada proses pembuatan bead kitosan terjadi repolimerisasi kitosan, kitosan dibuat bentuk gel kemudian dibentuk padat lagi dengan disemprotkan dalam larutan NaOH yang mengandung etanol, pada proses ini diharapkan polimer kitosan lebih tertata sehingga strukturnya lebih teratur dan apabila diaplikasikan sebagai adsorben akan menghasilkan interaksi yang lebih efektif dibanding kitosan serbuk (Cahyaningrum dkk., 2008).

Penggabungan silika dan kitosan bertujuan untuk mendapatkan adsorben yang memiliki pori-pori besar dari silika dan gugus aktif yang reaktif terhadap ion-ion logam berat dari kitosan.

## 2.5. Ion Logam Cd(II)

Kadmium merupakan salah satu logam berat berbahaya yang sering dijumpai dalam air limbah industri cat, pelapisan logam. Di dalam tubuh, kadmium merupakan elemen mikro tak esensial yang tidak mempunyai fungsi biologis sama sekali. Toksisitas kadmium terjadi jika terakumulasi dalam jangka waktu yang panjang.

Masuknya Cd ke dalam tubuh baik melalui makanan atau minuman dalam jumlah yang melebihi batas yang diizinkan sangat berbahaya karena dapat menyebabkan kombinasi sinergistik dengan racun lain. Keracunan Cd

dapat menyebabkan penyakit jantung (cardiovascular), efek lainnya yaitu dapat meracuni pernafasan yang mengakibatkan kerusakan pada paru-paru, usus, hati, ginjal, dan akhirnya dapat menyebabkan kematian (Sukmawati, 2006).

Ditinjau dari kekuatan asam, dalam teori *HSAB (Hard Soft Acid Base)* oleh Pearson, ion Cd(II) digolongkan kedalam asam lunak. Amri dkk. (2004) melaporkan bahwa asam lunak Cd(II) akan lebih mudah berinteraksi dengan basa lunak seperti gugus aktif tiolat ( $-SH$ ) seperti pada 2-merkaptobenzotiazol daripada asam keras Cr(III) (Amri dkk., 2004).

## 2.6. Ion Logam Ni(II)

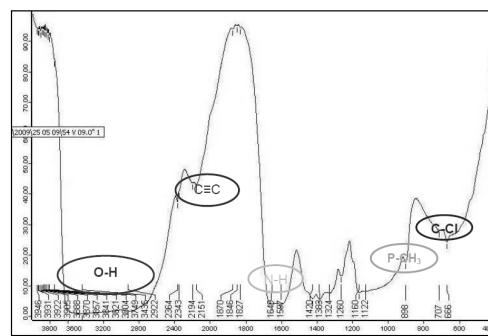
Nikel adalah logam berwarna putih keperak-perakan yang mengkilat, keras, dan mulur (dapat ditarik). Menurut Yudo dan Nusa (2005), nikel tergolong dalam logam peralihan, karena sifatnya fleksibel dan mempunyai karakteristik-karakteristik yang unik, seperti tidak berubah sifatnya bila terkena udara, ketahanannya terhadap oksidasi dan kemampuannya untuk mempertahankan sifat-sifat aslinya di bawah suhu yang ekstrim, maka nikel lazim digunakan dalam berbagai aplikasi komersial dan industri. Dalam keadaan logam, nikel tidak beracun namun dalam keadaan cairan dapat menyebabkan kanker, korosif, dan iritasi (Yudo dan Nusa, 2005)

Ditinjau dari kekuatan asam, dalam teori *HSAB (Hard Soft Acid Base)* oleh Pearson, ion Ni(II) digolongkan kedalam asam madya/menengah. Ni(II) akan lebih mudah berinteraksi dengan golongan basa keras salah

satunya gugus aktif amina (-NH<sub>2</sub>) dalam kitosan daripada Cd(II) yang bersifat asam lunak (Amri dkk., 2004).

### 2.7. Metode Karakterisasi

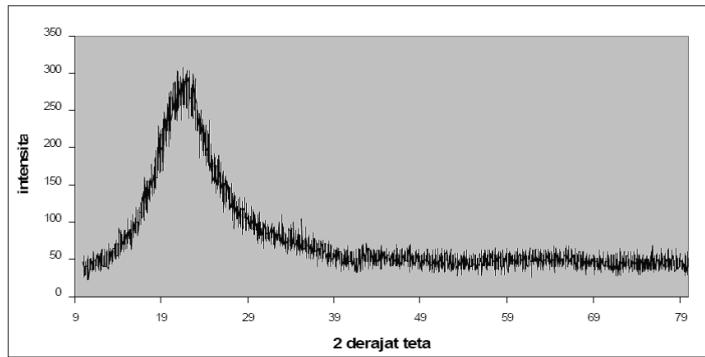
Metode karakterisasi yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu karakterisasi menggunakan Fourier Transform Infra Red (FT-IR) dan Difraktometer Sinar-X (XRD). Karakterisasi menggunakan FT-IR merupakan suatu metode untuk mengetahui gugus fungsi dari silika-kitosan bead. Menurut Colthup dkk. dalam Handayani (2009), prinsip analisa menggunakan spektroskopi infra merah adalah vibrasi ikatan yang mempunyai frekuensi yang spesifik. Setiap ikatan kimia mempunyai frekuensi vibrasi yang khas sehingga dapat dibedakan dengan analisa puncak serapan infra merah. Data yang didapatkan merupakan suatu spektrogram dengan beberapa vibrasi ulur yang digambarkan dengan puncak serapan pada bilangan gelombang tertentu. Di bawah ini contoh spektrogram FT-IR kitosan murni hasil penelitian Handayani (2009) :



Gambar 2.2 Hasil karakterisasi FT-IR kitosan murni (Handayani, 2009)

Dari gambar spektrogram dapat dilihat puncak-puncak serapan infra merah yang terdeteksi dan menunjukkan gugus fungsi dari kitosan murni.

Karakterisasi menggunakan Difraktometer Sinar-X merupakan metode analisa untuk mengidentifikasi struktur kristalinitas dalam sampel dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Data yang didapatkan berupa difraktogram dengan grafik hubungan antara antara sudut difraksi sinar-x pada sampel ( $2\theta$ ) dengan intensitas sinar yang dipantulkan oleh sampel. Di bawah ini difraktogram silika hasil penelitian Handayani (2009) :



Gambar 2.3 Hasil XRD silika bentuk amorf (Handayani, 2009)

Dari difraktogram yang didapatkan selanjutnya dibandingkan dengan data pada data base JCPDF (Handayani, 2009).

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Variabel Penelitian**

##### **3.1.1 Variabel bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu

Sintesis : komposisi silika dan kitosan.

Aplikasi : pH medium, waktu kontak, dan konsentrasi larutan.

##### **3.1.2 Variabel terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini yaitu penurunan kadar logam Cd(II) dan Ni(II) dalam larutan karena proses kontak dengan silika-kitosan *bead*.

##### **3.1.3 Variabel terkendali**

Variabel terkendali dalam penelitian ini yaitu:

Sintesis : ukuran *bead* dan konsentrasi pelarut

Aplikasi : massa *bead* dan volume larutan.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam sintesis yaitu cawan porselin, pipet volume, pipet tetes, gelas ukur, labu takar, kertas saring, corong, neraca analitik, gelas arloji, gelas kimia, *furnace*, dan *hot plate stirrer*. Alat untuk karakterisasi yaitu Difraktometer Sinar-X (XRD), Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), dan FT-IR.

### **3.2.2 Bahan**

Sekam padi, kitosan, akuades, HCl pekat, NaOH E.Merck, CH<sub>3</sub>COOH pekat, larutan Ni(II) 1000 ppm, dan larutan Cd(II) 1000 ppm.

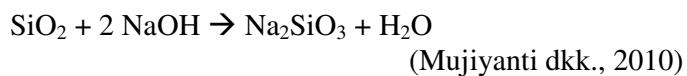
## **3.3 Prosedur Penelitian**

### **3.3.1 Pembuatan abu sekam padi**

Sekam padi dibersihkan dari tanah, kerikil dan kotoran lainnya kemudian dicuci dengan air dan dibilas dengan akuades lalu dikeringkan pada 100°C dalam oven. Sekam padi bersih dan kering dibakar dengan nyala api sehingga diperoleh arang sekam yang berwarna hitam dan tidak ada lagi asap. Arang yang diperoleh diabukan pada suhu 700°C selama 4 jam dalam *furnace* (Wogo dkk., 2011)

### **3.3.2 Pembuatan larutan natrium silikat**

Abu sekam padi digerus kemudian diayak dengan ayakan 200 *mesh*. Sebanyak 20 g abu sekam padi dicuci dengan 150 mL HCl 6M dan dinetralkan dengan akuades. Hasil pencucian dikeringkan dalam oven. Abu sekam padi kering kemudian ditambahkan dengan 158 mL NaOH 4M, kemudian dididihkan sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Setelah agak kering, larutan dituangkan ke dalam kurs porselin dan dilebur pada temperatur 500°C selama 30 menit. Setelah dingin ditambahkan 200 mL akuades, dibiarkan semalam, dan disaring (Mujiyanti dkk., 2010). Reaksi pembuatan larutan natrium silikat :



Filtrat kemudian dikarakterisasi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom untuk mengetahui kadar silika yang terkandung dalam larutan tersebut.

### **3.3.3 Pembuatan larutan kitosan**

Pembuatan larutan kitosan dilakukan dengan menimbang masing-masing 1g dan 2g kitosan serbuk kemudian dimasukkan ke dalam masing-masing labu Erlenmeyer 250 mL. Sebanyak 100 mL larutan asam asetat 2% (v/v) dimasukkan ke dalam masing-masing labu Erlenmeyer (Jeon dan Holl, 2003). Kemudian diaduk secara konstan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam sampai homogen.

### **3.3.4 Pembuatan silika-kitosan bead**

Dalam penelitian ini silika-kitosan *bead* akan dibuat dengan perbandingan komposisi seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi (b/b) pembuatan silika-kitosan *bead*

| Nomor | Silika | Kitosan |
|-------|--------|---------|
| 1     | 2      | 0       |
| 2     | 2      | 1       |
| 3     | 2      | 2       |
| 4     | 1      | 2       |
| 5     | 0      | 2       |

Larutan natrium silikat dengan kandungan silika seperti pada komposisi diatas dimasukkan kedalam labu Erlenmeyer kemudian ditambahkan larutan kitosan sesuai komposisi sebanyak 100 mL. Kemudian larutan diaduk dengan menggunakan *stirrer* sampai homogen. Selanjutnya larutan diteteskan ke dalam 500 mL NaOH 0,5M dengan menggunakan pipet tetes dan diaduk selama 24 jam dengan menggunakan *stirrer* (Wan Ngah dan

Fatinathan, 2008). Larutan silika-kitosan *bead* yang terbentuk didiamkan selama 30 menit kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam. Silika-kitosan *bead* yang terbentuk kemudian dilakukan uji pH optimum, waktu kontak optimum, dan konsentrasi optimum. Setelah didapatkan silika-kitosan *bead* yang paling banyak menyerap ion logam, selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD

### **3.3.5 Pembuatan larutan induk Cd(II) 1000 ppm dan Ni(II) 1000 ppm**

Sebanyak 2,75 gram Cd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O dilarutkan dengan akuades dan ditambahkan 3 tetes HNO<sub>3</sub> dalam labu takar 1000 mL, selanjutnya diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Sebanyak 4,9536 g Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dilarutkan dengan akuades dan ditambahkan 3 tetes HNO<sub>3</sub> dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

### **3.3.6 Pembuatan kurva kalibrasi**

Pembuatan kurva kalibrasi larutan standar dimaksudkan untuk mencari hubungan antara adsorbansi dengan konsentrasi larutan standar Cd(II) dan Ni(II).

Kurva kalibrasi Cd(II) dibuat dengan seri larutan Cd(II) mulai dari 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm (Lestari dan Sanova, 2011). Kurva kalibrasi Ni(II) dibuat dengan seri larutan Ni(II) mulai dari 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; dan 9 ppm (Kholipuk dkk., 2012).

Setelah didapatkan data absorbansi selanjutnya dibuat grafik hubungan antara konsentrasi vs absorbansi dan diperoleh persamaan regresi.

### **3.3.7 Penentuan pH optimum**

Sebanyak 0,1 g silika-kitosan *bead* masing-masing variasi diinteraksikan dengan masing-masing 25 mL larutan ion Cd(II) 5 ppm dan 25 mL larutan ion Ni(II) 5 ppm dengan waktu 50 menit dan diaduk menggunakan *shaker* pada kecepatan 300 rpm. pH larutan dibuat bervariasi antara pH 4-8 (Azmiyati dkk., 2005). Setelah interaksi kemudian larutan disaring dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan SSA.

### **3.3.8 Penentuan waktu kontak optimum**

Sebanyak 0,1 g silika-kitosan *bead* masing-masing variasi diinteraksikan dengan masing-masing 25 mL larutan ion Cd(II) 5 ppm dan ion Ni(II) 5 ppm pada pH optimum dan diaduk dengan *shaker* pada kecepatan 300 rpm. Waktu interaksi divariasi 30, 40, 50, 60, dan 70 menit (Wan Ngah dkk., 2006). Setelah interaksi larutan kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan SSA.

### **3.3.9 Penentuan konsentrasi optimum**

Sebanyak masing-masing 0,1 g silika-kitosan *bead* berbagai variasi diinteraksikan dengan masing-masing 25 mL larutan Cd(II) dengan konsentrasi 4, 6, 8, dan 10 ppm dan 25 mL larutan Ni(II) dengan konsentrasi 4, 6, 8, dan 10 ppm selama waktu optimum dan pH optimum yang telah ditentukan kemudian diaduk dengan *shaker* pada kecepatan 300 rpm. Filtrat yang diperoleh diukur dengan SSA untuk menentukan konsentrasi ion logam yang tersisa. Jumlah ion logam yang teradsorpsi dihitung dari selisih

antara kandungan ion logam dalam larutan awal dengan konsentrasi ion logam sisa dalam filtrat yang keduanya diukur menggunakan SSA.

### **3.3.10 Karakterisasi silika-kitosan *bead* menggunakan FT-IR**

Analisa FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari silika-kitosan *bead*. Setiap ikatan mempunyai frekuensi vibrasi yang khas sehingga absorpsi infra merah dapat digunakan untuk identifikasi gugus-gugus yang ada dalam suatu senyawa. Data yang diperoleh dibandingkan dengan data pada literatur yang telah ada untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada bahan.

### **3.3.11 Karakterisasi silika-kitosan *bead* menggunakan XRD**

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristalinitas dari *bead* yang dihasilkan. Data yang diperoleh dari analisis XRD berupa grafik hubungan antara sudut difraksi sinar-x pada sampel dengan intensitas sinar yang dipantulkan oleh sampel. Data yang didapatkan berupa difraktogram yang selanjutnya dibandingkan dengan data PDF atau JCPDS yang sudah ada pada data base.

## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Penentuan Silika Pada Larutan Natrium Silikat

Pembuatan larutan natrium silikat dari abu sekam padi diawali dengan pembuatan abu sekam padi. Pembuatan abu sekam padi ini meliputi pencucian sekam, pengarangan, pengabuan, dan pemurnian abu.

Sekam padi dibersihkan dari pengotor seperti jerami dan kerikil, kemudian dicuci dengan air, dibilas dengan akuades dan dikeringkan. Sekam padi yang telah bersih dan kering ini dibakar dengan nyala api sehingga diperoleh arang sekam padi yang berwarna hitam. Pembakaran sekam menjadi arang dimaksudkan untuk menghilangkan kadar air yang ada dalam sekam padi. Pengarangan sekam ini bertujuan untuk mendekomposisi senyawa organik dalam sekam. Warna hitam pada arang sekam mengindikasikan bahwa senyawa-senyawa organik belum teroksidasi sempurna.

Selanjutnya arang sekam ini diabukan dalam *furnace* pada temperatur 700 °C selama 4 jam untuk menghilangkan komponen organik yang masih ada dan mengoksidasi karbon yang ada secara sempurna (Wogo dkk., 2011). Berdasarkan penelitian yang dilakukan hasil pengabuan yang diperoleh adalah abu sekam berwarna putih. Abu sekam yang berwarna putih menunjukkan kandungan silika yang tinggi. Berdasarkan penelitian Nuryono (2004), pengabuan sekam pada temperatur 700 °C akan

menghasilkan abu dengan silika berstruktur amorf daripada pengabuan pada temperatur 800 atau 900 °C yang menghasilkan abu dengan silika berstruktur kristal. Abu dengan struktur amorf lebih mudah dilebur dan lebih mengoptimalkan silika yang dihasilkan.

Abu sekam padi digerus dan diayak dengan ayakan 100 *mesh* untuk menghomogenkan ukuran abu dan memperluas permukaan abu agar pencucian yang dilakukan pada tahap berikutnya lebih efektif. Setelah diayak abu sekam dicuci dengan larutan HCl 6M dan dibilas dengan akuades sampai netral (Mujiyanti dkk., 2010). Penggunaan larutan HCl 6M pada proses pencucian ini bertujuan untuk menurunkan kadar pengotor yang berupa oksida-oksida logam seperti Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, dan Ca<sub>2</sub>O dalam abu sekam padi. Selanjutnya abu sekam padi yang telah bersih ini dipanaskan dalam oven pada suhu 100 °C untuk menghilangkan kandungan air.

Setelah diperoleh abu sekam padi yang bersih dan kering, selanjutnya abu sekam padi ditimbang sebanyak 20 gram kemudian dilakukan pelarutan menggunakan basa yaitu NaOH 4M sebanyak 158 mL. Pelarutan ini dilakukan diatas pemanas sambil diaduk dengan pengaduk magnet, dan proses pelarutan ini dihentikan ketika larutan sudah mendidih dan mengental berwarna coklat. Selanjutnya larutan yang sudah mengental dituang ke dalam cawan porselin dan dilakukan peleburan di *furnace* pada temperatur 500 °C selama 30 menit. Pelarutan yang diikuti dengan peleburan ini bertujuan agar pada proses perubahan abu sekam menjadi natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) menjadi lebih optimal (Mujiyanti dkk., 2010).

Natrium silikat yang terbentuk berwujud padatan berwarna putih, kemudian ditambah 200 mL akuades dan didiamkan selama satu malam agar terbentuk larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang berwarna kuning kecoklatan. Larutan yang terbentuk disaring untuk memisahkan endapan yang tidak larut. Filtrat kemudian dilakukan uji kandungan silika menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

Setelah dilakukan uji kandungan silika didapatkan data seperti terdapat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data konsentrasi Si dalam larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$

| No. | Parameter | Hasil Pengukuran (ppm) |           |           |
|-----|-----------|------------------------|-----------|-----------|
|     |           | I                      | II        | III       |
| 1.  | Si        | 43212,670              | 43608,597 | 44004,525 |

Dari data diatas kita dapat menghitung kadar silika dalam larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yaitu sebanyak 8,721719467 gram dalam 200 mL larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Selanjutnya untuk mengambil 1 gram silika diperlukan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sebanyak 22,93125808 mL. Perhitungan lengkap kandungan silika dalam larutan natrium silikat terdapat pada lampiran 9.

## 4.2 Sintesis Silika-Kitosan *Bead*

Silika-kitosan *bead* dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dan larutan kitosan dengan perbandingan seperti pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Komposisi (b/b) pembuatan silika-kitosan *bead*

| Nomor | Silika (gram) | Kitosan (gram) |
|-------|---------------|----------------|
| 1     | 2             | 0              |
| 2     | 2             | 1              |
| 3     | 2             | 2              |
| 4     | 1             | 2              |
| 5     | 0             | 2              |

Pada pembuatan silika-kitosan *bead* 2:0 larutan natrium silikat diambil sebanyak 46 mL yang mengandung silika sebanyak 2 gram, kemudian ditetesi dengan HCl 3 M sambil diaduk sampai mengental dan berwarna putih kemudian disaring (Mujiyanti dkk., 2010). Filtrat kemudian dibilas menggunakan akuades sampai netral kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C dan digerus sampai halus.

Pada pembuatan silika-kitosan *bead* 2:1 larutan natrium silikat diambil sebanyak 46 mL yang mengandung silika 2 gram. Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 1 gram kitosan serbuk ke dalam 100 mL larutan asam asetat 2% (v/v). Kedua larutan dicampur sambil diaduk sampai mengental berwarna putih. Untuk pembuatan silika-kitosan *bead* 2:2 larutan natrium silikat diambil sebanyak 46 mL. larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 2 gram kitosan serbuk ke dalam 100 mL larutan asam asetat 2% (v/v). Kedua larutan dicampur sambil diaduk sampai mengental berwarna putih. Pada pembuatan silika-kitosan *bead* 1:2 larutan natrium silikat diambil sebanyak 23 mL. Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 2 gram kitosan serbuk ke dalam 100 mL larutan asam asetat 2% (v/v). Kedua larutan dicampur sambil diaduk sampai mengental berwarna putih. Pada pembuatan silika-kitosan *bead* 0:2 larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 2 gram kitosan serbuk dalam 100 mL larutan asam asetat 2% (v/v).

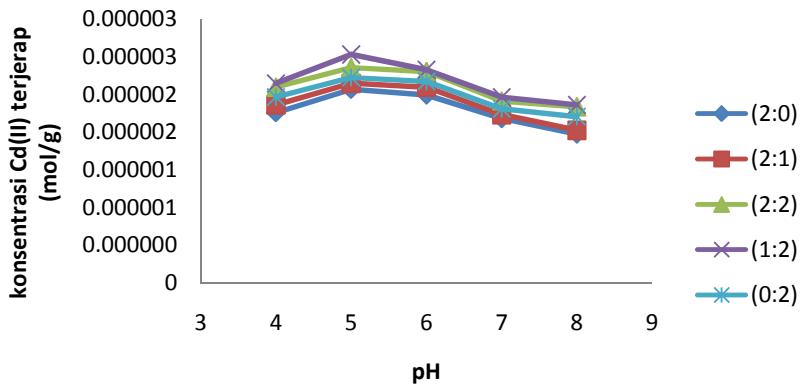
Semua campuran kental kemudian diteteskan kedalam 4 gelas kimia 1000 mL yang berisi 500 mL NaOH 0,5 M menggunakan pipet tetes sambil diaduk. Larutan didiamkan semalam sebelum disaring. Filtrat kemudian

dinetralkan menggunakan akuades lalu dikeringkan pada suhu kamar (Wang dan Fatinathan, 2008). Semua silika-kitosan *bead* yang telah kering kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 100 *mesh* untuk menyamakan besar *bead*. Penggerusan dan pengayakan ini juga bertujuan untuk memperlebar luas permukaan *bead* sehingga penyerapan logam akan lebih optimal. Silika-kitosan *bead* yang telah halus selanjutnya digunakan untuk penentuan pH, waktu kontak, dan konsentrasi optimum penyerapan ion logam Cd(II) dan Ni(II) dalam larutan.

### 4.3 Penentuan pH Optimum

Tujuan dari penentuan pH optimum yaitu untuk mengetahui harga pH yang paling sesuai dimana penyerapan logam Cd(II) dan Ni(II) oleh silika-kitosan *bead* mencapai kondisi optimal. Variasi pH yang digunakan dalam penentuan ini dimulai dari pH 3 sampai dengan pH 8 yang diinteraksikan dengan 25 mL larutan logam dengan konsentrasi 5 ppm selama 50 menit dan massa adsorben 0,1 gram.

Sebelum melakukan penentuan pH optimum dibuat dulu kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi larutan Cd(II) 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y = 0,086X - 0,001$  dengan  $R^2 = 0,999$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi logam Cd(II) sisa yang terdapat dalam larutan setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*. Data yang diperoleh setelah melakukan optimasi pH pada logam Cd(II) disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva penentuan pH optimum logam Cd(II)

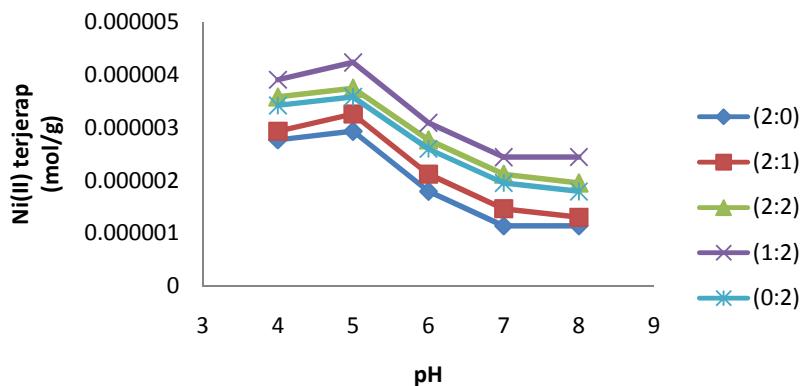
Pada Gambar 4.1 terlihat bahwa adsorpsi silika-kitosan *bead* mengalami peningkatan dari pH 4-5 kemudian menurun pada pH 5-8 sehingga adsorpsi paling optimal terjadi pada pH 5. Menurut Sriyanti dkk. (2005) pada pH rendah kemungkinan gugus aktif dalam keadaan terprotolesi (ada kompetisi dengan  $H^+$ ) sehingga pada pH 4 terjadi persaingan antara ion logam Cd(II) dengan ion  $H^+$  dalam berikatan dengan gugus aktif yang ada pada silika-kitosan *bead*. Logam Cd(II) memiliki harga  $K_{sp}$  sebesar  $5,9 \times 10^{-15}$  dan akan mengendap sempurna menjadi  $Cd(OH)_2$  pada pH 9 (Sriyanti dkk., 2005), sehingga pada pH 6-8 adsorpsi cenderung menurun dikarenakan logam Cd(II) sudah mulai mengalami pengendapan. Logam Cd(II) yang terjerap pada pH optimum untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* disajikan dalam Tabel 4.3 dan perhitungan lengkap dapat dilihat pada Lampiran 11.

Tabel 4.3 Data penyerapan logam Cd(II) pada pH optimum

| Silika-Kitosan Bead | Logam Cd(II) terjerap (mol/g) |
|---------------------|-------------------------------|
| 2 : 0               | $2,5694 \times 10^{-6}$       |
| 2 : 1               | $2,6473 \times 10^{-6}$       |
| 2 : 2               | $2,8549 \times 10^{-6}$       |
| 1 : 2               | $3,0294 \times 10^{-6}$       |
| 0 : 2               | $2,7252 \times 10^{-6}$       |

Pada penentuan pH optimum untuk logam Ni(II) sebelum dilakukan optimasi pH dibuat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi larutan Ni(II) 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; dan 9 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y = 0,026X$  dengan  $R^2 = 0,999$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi logam Ni(II) sisa yang terdapat dalam larutan setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*.

Data optimasi pH pada penyerapan logam Ni(II) disajikan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva penentuan pH optimum logam Ni(II)

Pada Gambar 4.2 terlihat bahwa adsorpsi silika-kitosan *bead* mengalami peningkatan dari pH 4-5 kemudian menurun pada pH 5-8 sehingga adsorpsi paling optimal terjadi pada pH 5. Menurut Sriyanti dkk. (2005) pada pH rendah kemungkinan gugus aktif dalam keadaan

terprotonasi (ada kompetisi dengan  $H^+$ ) sehingga pada pH 4 terjadi persaingan antara ion logam Ni(II) dengan ion  $H^+$  dalam berikatan dengan gugus aktif yang ada pada silika-kitosan *bead*. Logam Ni(II) memiliki harga  $K_{sp}$  sebesar  $5,48 \times 10^{-16}$  dan akan mengendap sempurna menjadi  $Ni(OH)_2$  pada pH 9 sehingga pada pH 6-8 adsorpsi cenderung menurun dikarenakan logam Ni(II) sudah mulai mengalami pengendapan. Logam Ni(II) yang terjerap pada pH optimum untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* disajikan dalam Tabel 4.4 dan perhitungan lengkap disajikan pada Lampiran 11.

Tabel 4.4 Data penyerapan logam Ni(II) pada pH optimum

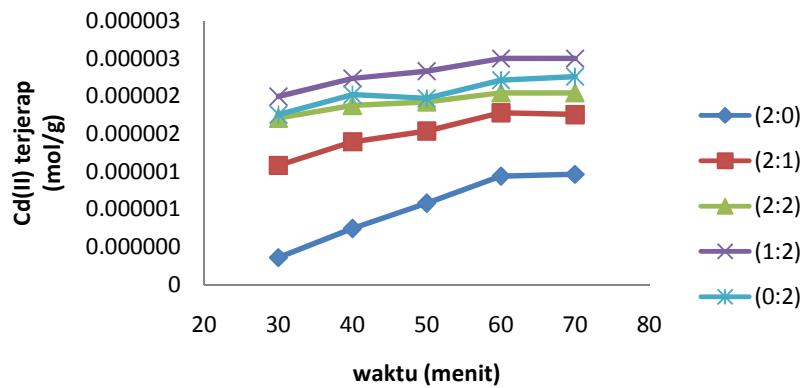
| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Logam Ni(II) terjerap<br>(mol/g) |
|----------------------------|----------------------------------|
| 2 : 0                      | $2,9330 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 1                      | $3,2593 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 2                      | $3,7483 \times 10^{-6}$          |
| 1 : 2                      | $4,2372 \times 10^{-6}$          |
| 0 : 2                      | $3,5844 \times 10^{-6}$          |

#### 4.4 Penentuan Waktu Kontak Optimum

Tujuan penentuan waktu kontak optimum yaitu untuk mengetahui berapa lama waktu yang digunakan untuk penyerapan logam secara optimal oleh adsorben. Waktu kontak yang digunakan divariasi pada waktu 30, 40, 50, 60, dan 70 menit yang diinteraksikan dengan 25 mL larutan logam pada pH optimum dengan massa adsorben yang digunakan sebanyak 0,1 gram.

Sebelum melakukan penentuan waktu kontak optimum dibuat dulu kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi larutan Cd(II) 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y =$

$0,093X - 0,002$  dengan  $R^2 = 0,999$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi logam Cd(II) sisa yang terdapat dalam larutan setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*. Data yang diperoleh setelah melakukan optimasi pH pada logam Cd(II) seperti pada Gambar 4.3.



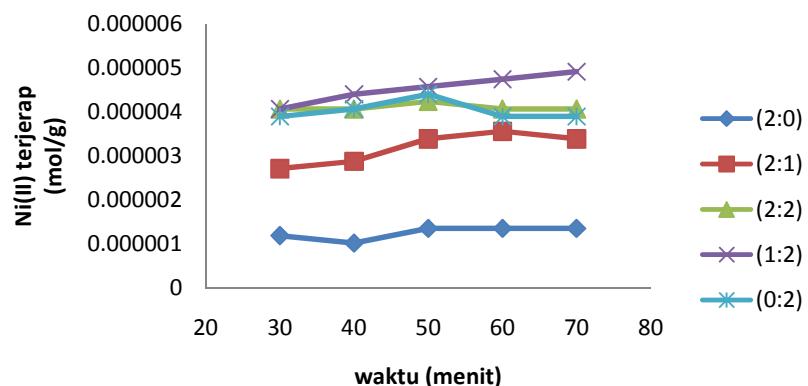
Gambar 4.3 Kurva penentuan waktu kontak optimum logam Cd(II)

Pada Gambar 4.3 terlihat bahwa adsorpsi mengalami peningkatan pada waktu 30-60 menit dan menjadi konstan mulai 60-70 menit. Hal ini menunjukkan bahwa waktu kontak optimum adsorpsi logam Cd(II) oleh silika-kitosan *bead* selama 60 menit. Setelah 60 menit adsorpsi akan konstan karena silika-kitosan *bead* telah jenuh oleh ion logam Cd(II) dalam larutan. Berdasarkan penelitian Mahmudah dan Cahyaningrum (2013), saat mencapai kondisi kesetimbangan situs aktif kitosan *bead* dan kitosan-silika *bead* diperkirakan sudah jenuh oleh ion logam Cd(II). Logam Cd(II) yang terjerap pada waktu kontak optimum untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* disajikan dalam Tabel 4.5 dan perhitungan lengkap disajikan pada Lampiran 12.

Tabel 4.5 Data penyerapan logam Cd(II) pada waktu kontak optimum

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Logam Cd(II) terjerap (mol/g) |
|----------------------------|-------------------------------|
| 2 : 0                      | $1,4640 \times 10^{-6}$       |
| 2 : 1                      | $2,2801 \times 10^{-6}$       |
| 2 : 2                      | $2,5442 \times 10^{-6}$       |
| 1 : 2                      | $3,0002 \times 10^{-6}$       |
| 0 : 2                      | $2,7600 \times 10^{-6}$       |

Pada penentuan waktu kontak optimum untuk logam Ni(II) sebelum dilakukan optimasi waktu kontak dibuat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi larutan Ni(II) 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; dan 9 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y = 0,025X + 0,001$  dengan  $R^2 = 0,999$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi logam Ni(II) sisa yang terdapat dalam larutan setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*. Data optimasi pH pada penyerapan logam Ni(II) disajikan pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Kurva penentuan waktu kontak optimum logam Ni(II)

Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa adsorpsi mengalami peningkatan pada waktu kontak 30-50 menit dan menjadi konstan pada waktu kontak 50-70 menit sehingga waktu kontak optimum adsorpsi logam Ni(II) oleh silika-

kitosan *bead* terjadi pada waktu 50 menit. Setelah 50 menit, adsorpsi menjadi konstan dikarenakan silika-kitosan *bead* telah jenuh dengan logam Ni(II). Berdasarkan penelitian Pupitasari (2007), penambahan waktu tidak mempengaruhi hasil adsorpsi karena saat kesetimbangan reaksi telah tercapai waktu kontak tidak lagi mempengaruhi reaksi. Akan tetapi pada silika-kitosan *bead* dengan perbandingan komposisi 1:2 adsorpsi logam Ni(II) masih mengalami peningkatan sampai 70 menit karena silika-kitosan *bead* dengan komposisi 1:2 belum jenuh oleh logam Ni(II) dan masih memiliki gugus aktif yang dapat mengadsorpsi logam Ni(II). Logam Ni(II) yang terjerap pada waktu kontak optimum disajikan dalam Tabel 4.6 dan perhitungan lengkap pada Lampiran 12

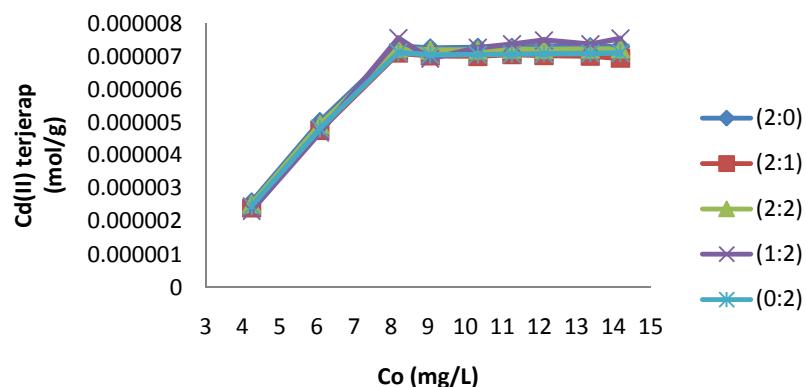
Tabel 4.6 Data penyerapan logam Ni(II) pada waktu kontak optimum

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Logam Ni(II) terjerap<br>(mol/g) |
|----------------------------|----------------------------------|
| 2 : 0                      | $1,3559 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 1                      | $3,3898 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 2                      | $4,2372 \times 10^{-6}$          |
| 1 : 2                      | $4,9152 \times 10^{-6}$          |
| 0 : 2                      | $4,4067 \times 10^{-6}$          |

#### 4.5 Penentuan Konsentrasi Optimum

Tujuan penentuan konsentrasi optimum yaitu untuk mengetahui kemampuan optimal silika-kitosan *bead* dalam menyerap ion logam Cd(II) dan Ni(II). Konsentrasi larutan Cd(II) dan Ni(II) yang digunakan divariasi pada konsentrasi 4; 6; 8; 9; 10; 11; 12; 13; dan 14 ppm serta pada pH dan waktu kontak optimum dengan volume masing-masing larutan 25 mL dan massa adsorben 0,1 gram.

Sebelum melakukan pengukuran konsentrasi optimum, dibuat dulu kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansi larutan loga Cd(II) pada konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y = 0,076X + 0,001$  dengan harga  $R^2 = 0,999$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi logam sisa larutan Cd(II) setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*. Data penentuan konsentrasi optimum larutan logam Cd(II) disajikan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Kurva penentuan konsentrasi optimum logam Cd(II)

Pada Gambar 4.5 terlihat bahwa adsorpsi mengalami peningkatan pada konsentrasi awal larutan 4-8 ppm dan menjadi agak konstan mulai konsentrasi awal 8-14 ppm sehingga konsentrasi optimum adsorpsi logam Cd(II) terjadi pada konsentrasi awal larutan 8 ppm. Pada saat konsentrasi awal larutan dibawah 8 ppm, kandungan ion logam Cd(II) yang ada dalam larutan kurang bila dibandingkan kandungan gugus pengikat pada silika-kitosan *bead* sehingga adsorpsi masih mengalami peningkatan. Sedangkan pada konsentrasi awal larutan diatas 8 ppm, kandungan ion logam Cd(II)

yang ada dalam larutan lebih banyak dibandingkan dengan kandungan gugus pengikat pada silika-kitosan *bead* sehingga silika-kitosan *bead* sudah mengalami kejemuhan dalam menyerap logam Cd(II) dan mengakibatkan adsorpsi berhenti. Menurut penelitian Darjito dkk. (2006), kitosan-alumina dapat menyerap Cd(II) pada konsentrasi optimum 75 ppm, pada konsentrasi di atas 75 ppm adsorpsi Cd(II) konstan karena sudah terpenuhinya gugus aktif pada permukaan adsorben sehingga pekuang terjadinya ikatan menjadi kecil. Logam Cd(II) yang terjerap disajikan pada Tabel 4.7 dan perhitungan lengkap pada Lampiran 13.

Tabel 4.7 Data penyerapan logam Cd(II) pada konsentrasi optimum

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Logam Cd(II) terjerap<br>(mol/g) |
|----------------------------|----------------------------------|
| 2 : 0                      | $7,3145 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 1                      | $7,1026 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 2                      | $7,2524 \times 10^{-6}$          |
| 1 : 2                      | $7,5558 \times 10^{-6}$          |
| 0 : 2                      | $7,1212 \times 10^{-6}$          |

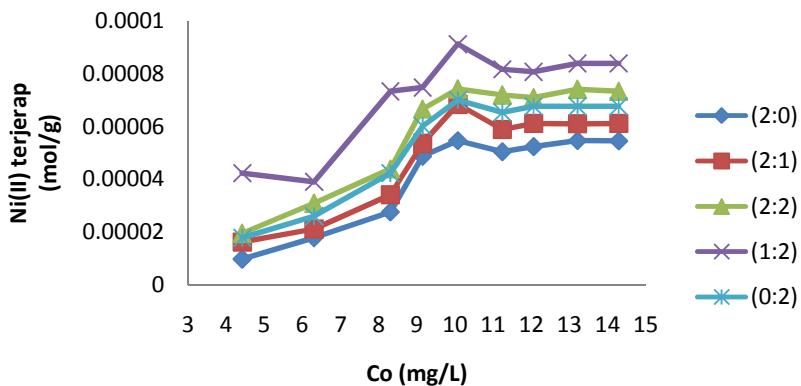
Setelah diperoleh data konsentrasi optimum untuk tiap adsorben, bisa ditentukan kapasitas adsorpsi silika-kitosan *bead* untuk menurunkan logam Cd(II). Data kapasitas adsorpsi untuk logam Cd(II) disajikan pada Tabel 4.8 dan perhitungan lengkap pada Lampiran 13.

Tabel 4.8 Data kapasitas adsorpsi logam Cd(II) untuk masing-masing variasi komposisi adsorben

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Kapasitas adsorpsi<br>(mol/g) |
|----------------------------|-------------------------------|
| 2 : 0                      | $7,3179 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 1                      | $6,9008 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 2                      | $7,2358 \times 10^{-5}$       |
| 1 : 2                      | $7,7405 \times 10^{-5}$       |
| 0 : 2                      | $7,1204 \times 10^{-5}$       |

Berdasarkan Tabel 4.8 diketahui kapasitas adsorpsi untuk masing-masing adsorben. Kapasitas adsorpsi paling tinggi dimiliki silika-kitosan *bead* dengan perbandingan komposisi 1:2. Berdasarkan hal ini dapat diketahui bahwa yang berperan dalam proses adsorpsi ion logam Cd(II) yaitu gugus aktif amina yang ada pada kitosan. Pada adsorben dengan komposisi silika yang lebih banyak, harga kapasitas adsorpsi lebih kecil dibandingkan 1:2 karena gugus aktif amina yang ada lebih sedikit. Penyerapan ion logam hanya terjadi secara fisik dimana ion logam Cd(II) hanya terperangkap dalam pori-pori silika sehingga ada kemungkinan ion logam Cd(II) akan lepas lagi. Akan tetapi pada adsorben dengan komposisi kitosan yang lebih banyak terjadi ikatan koordinasi antara gugus amina dengan ion logam Cd(II). Berdasarkan penelitian Yunianti dan Maharani (2012), membran kitosan-silika yang paling baik untuk menjerap logam Pb(II) yaitu membran yang memiliki konsentrasi kitosan 3% dengan konsentrasi silika yang sama untuk tiap membran.

Pada penentuan konsentrasi optimum logam Ni(II) sebelum dilakukan optimasi dibuat kurva kalibrasi terlebih dahulu dengan menghitung absorbansi larutan Ni(II) pada konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8 dan 9 ppm. Kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki persamaan regresi  $Y = 0,026X - 0,002$  dengan harga  $R^2 = 0,996$ . Kurva kalibrasi ini digunakan untuk mengukur konsentrasi logam Ni(II) sisa yang ada pada larutan setelah diinteraksikan dengan silika-kitosan *bead*. Data penentuan konsentrasi optimum logam Ni(II) disajikan pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Kurva penentuan konsentrasi optimum logam Ni(II)

Pada Gambar 4.6 terlihat bahwa adsorpsi mengalami peningkatan dari konsentrasi awal 4-10 ppm dan mengalami penurunan atau hampir konstan pada konsentrasi awal 10-14 ppm sehingga konsentrasi optimum logam Ni(II) terjadi pada konsentrasi awal 10 ppm. Pada saat konsentrasi awal larutan dibawah 10 ppm kandungan ion logam Ni(II) dalam larutan kurang bila dibandingkan kandungan gugus pengikat dalam silika-kitosan *bead* sehingga adsorpsi masih mengalami peningkatan. Sedangkan pada konsentrasi awal diatas 10 ppm kandungan ion logam Ni(II) dalam larutan lebih banyak bila dibandingkan kandungan gugus pengikat dalam silika-kitosan *bead* sehingga proses adsorpsi berhenti pada konsentrasi optimum. Menurut Lestari dan Sanova (2011) pada kondisi kesetimbangan, permukaan adsorben telah jenuh oleh ion-ion logam sehingga penambahan konsentrasi tidak akan berpengaruh pada proses adsorpsi. Logam Ni(II) yang terjerap pada konsentrasi optimum disajikan pada Tabel 4.9 dan perhitungan lengkap pada Lampiran 13.

Tabel 4.9 Data penyerapan logam Ni(II) pada konsentrasi optimum

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Logam Ni(II) terjerap<br>(mol/g) |
|----------------------------|----------------------------------|
| 2 : 0                      | $5,4703 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 1                      | $6,8449 \times 10^{-6}$          |
| 2 : 2                      | $7,4263 \times 10^{-6}$          |
| 1 : 2                      | $9,1263 \times 10^{-6}$          |
| 0 : 2                      | $7,0081 \times 10^{-6}$          |

Setelah diperoleh data konsentrasi optimum untuk tiap adsorben, bisa ditentukan kapasitas adsorpsi silika-kitosan *bead* untuk menurunkan logam Ni(II). Data kapasitas adsorpsi untuk logam Ni(II) disajikan pada Tabel 4.10 dan perhitungan lengkap pada Lampiran 13.

Tabel 4.10 Data kapasitas adsorpsi logam Ni(II) untuk masing-masing variasi komposisi adsorben

| Silika-Kitosan <i>Bead</i> | Kapasitas adsorpsi<br>(mol/g) |
|----------------------------|-------------------------------|
| 2 : 0                      | $5,8606 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 1                      | $5,3347 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 2                      | $7,3997 \times 10^{-5}$       |
| 1 : 2                      | $7,6144 \times 10^{-5}$       |
| 0 : 2                      | $6,5811 \times 10^{-5}$       |

Berdasarkan Tabel 4.10 diketahui kapasitas adsorpsi untuk masing-masing adsorben. Kapasitas adsorpsi paling tinggi dimiliki silika-kitosan *bead* dengan perbandingan komposisi 1:2. Berdasarkan hal ini dapat diketahui bahwa yang berperan dalam proses adsorpsi ion logam Ni(II) yaitu gugus aktif amina yang ada pada kitosan. Berdasarkan penelitian Yunianti dan Maharani (2012), membran kitosan-silika yang paling baik untuk menjerap logam Pb(II) yaitu membran yang memiliki konsentrasi kitosan 3% dengan konsentrasi silika yang sama untuk tiap membran. Pada adsorben dengan komposisi silika yang lebih banyak, harga kapasitas adsorpsi lebih kecil

dibandingkan 1:2 karena gugus aktif amina yang ada lebih sedikit.

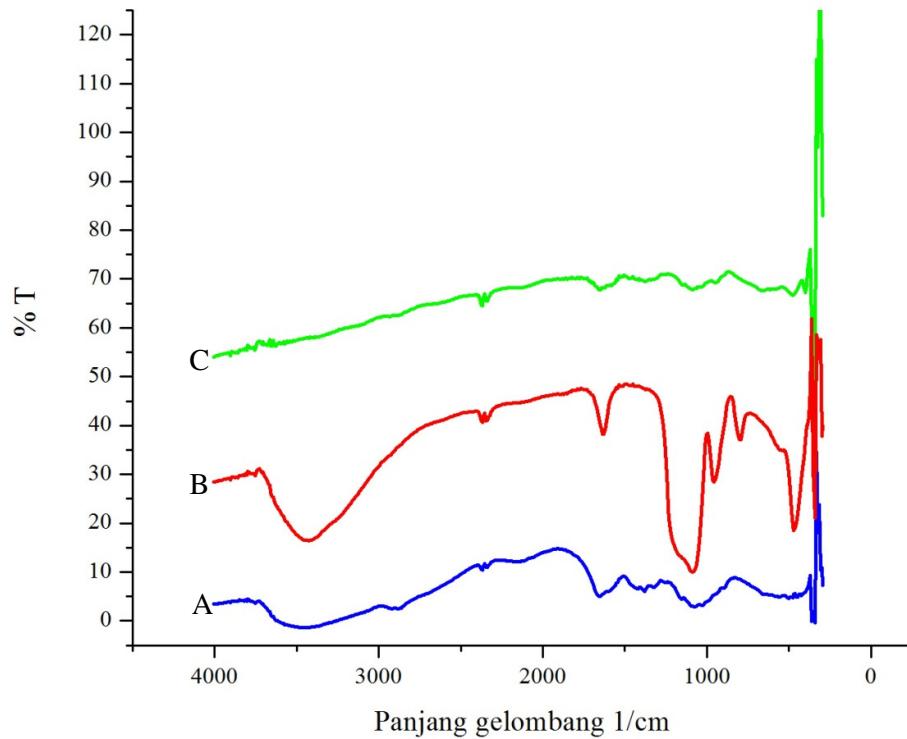
Penyerapan ion logam hanya terjadi secara fisik dimana ion logam Ni(II) hanya terperangkap dalam pori-pori silika sehingga ada kemungkinan ion logam Ni(II) akan lepas lagi. Akan tetapi pada adsorben dengan komposisi kitosan yang lebih banyak terjadi ikatan koordinasi antara gugus amina dengan ion logam Ni(II).

#### 4.6 Karakterisasi FT-IR

Untuk mengetahui gugus fungsi dari silika-kitosan *bead* yang dibuat, maka dilakukan analisa dengan menggunakan FT-IR. Setiap ikatan mempunyai frekuensi vibrasi yang khas sehingga absorpsi infra merah dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus yang ada dalam suatu senyawa.

Dari Gambar 4.7 dapat dilihat puncak-puncak serapan infra merah yang terdeteksi dalam silika-kitosan *bead* 2:0. Serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang  $3425,58\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita serapan dari gugus hidroksi (-OH) pada gugus silanol (Si-OH). Serapan yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang  $1087,85\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Serapan pada  $956,69\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus Si-O pada silanol (Si-OH). Vibrasi tekuk gugus -OH pada silanol ditunjukkan pada bilangan gelombang  $1635,64\text{ cm}^{-1}$  dan vibrasi tekuk dari gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan pita serapan pada bilangan gelombang  $470,63\text{ cm}^{-1}$ . Secara umum pita serapan yang muncul pada spektra silika-kitosan *bead*

2:0 menunjukkan bahwa gugus-gugus fungsional adalah silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) (Mujiyanti dkk., 2010).



Gambar 4.7 Spektra FT-IR silika-kitosan *bead* A(0:2), B(2:0), C(1:2).

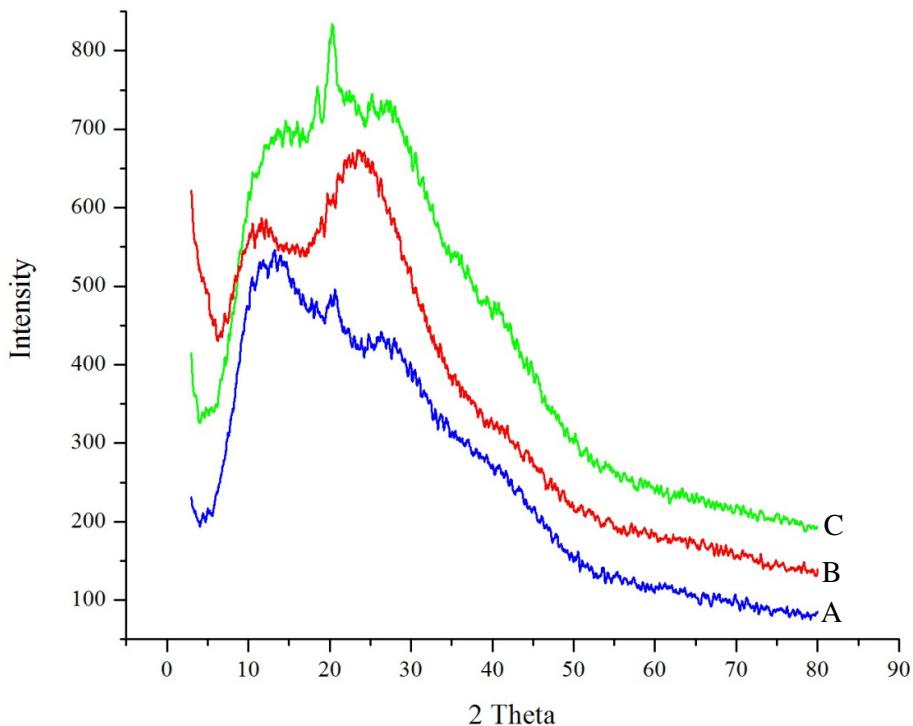
Dari Gambar 4.7 dapat dilihat juga pita-pita serapan yang terdeteksi pada silika-kitosan *bead* 0:2. Terdapat pita serapan pada bilangan gelombang  $3425,58\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur dari gugus –OH. Terdapat juga pita serapan pada bilangan gelombang  $1651,07\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur dari gugus –NH dan diperkuat oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $3749,62\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur dari gugus –NH.

Dari Gambar 4.7 juga dapat dilihat pita serapan yang terdeteksi pada silika-kitosan *bead* 1:2. Terdapat pita serapan pada bilangan gelombang

1087,85  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Serapan pada 948,98  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus Si-O pada silanol (Si-OH) dan vibrasi tekuk dari gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan pita serapan pada bilangan gelombang 478,35  $\text{cm}^{-1}$ . Akan tetapi pita-pita serapan tersebut tidak setajam pada silika-kitosan *bead* 2:0. Hal ini dikarenakan komposisi silika yang digunakan lebih sedikit. Terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 1648,98  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan pita serapan gugus fungsional –NH dari kitosan. Akan tetapi tidak ditemukan munculnya gugus fungsional –NH pada bilangan gelombang 3749,62  $\text{cm}^{-1}$  yang bisa diakibatkan karena gugus tersebut telah terselubungi oleh gugus fungsional –OH dari silika.

#### 4.7 Karakterisasi XRD

Pada penelitian ini juga dilakukan analisa menggunakan teknik difraksi sinar-X untuk melihat sifat kristal dan amorf dari adsorben yang dibuat. Puncak yang muncul membantu untuk menafsirkan sifat dari polimer tersebut. Silika-kitosan *bead* yang telah terbentuk kemudian dianalisis menggunakan difraktometri sinar-X. Hasil analisa XRD untuk silika-kitosan *bead* 2:0, 1:2, dan 0:2 disajikan pada Gambar 4.8 berikut.



Gambar 4.8 Difraktogram silika-kitosan *bead* A(0:2), B(2:0), dan C(1:2)

Dari Gambar 4.8 dapat dilihat pola difraksi sinar-X dari silika-kitosan *bead* 0:2, 1:2, dan 2:0. Pada silika-kitosan *bead* 0:2 muncul puncak pada  $2\theta = 10,5000$ ;  $2\theta = 11,3600$ ; dan  $2\theta = 11,8200$ . Terdapat puncak melebar pada kisaran  $2\theta = 10-11^\circ$  yang menunjukkan keadaan amorf atau polikristalin sesuai penelitian Sudaryanto, dkk. (2012) bahwa kitosan yang puncak difraksi melebar menunjukkan keadaan amorf atau polikristalin.

Sedangkan pada silika-kitosan *bead* 1:2 muncul puncak pada  $2\theta = 20,2714^\circ$ ;  $2\theta = 10,5200^\circ$ ; dan  $2\theta = 9,9400^\circ$ . Pola difraksi yang melebar menunjukkan keadaan amorf atau polikristalin dengan pusat puncak pada  $2\theta = 20,2714^\circ$ . Puncak yang melebar ini merupakan puncak gabungan dari silika dan kitosan yang ada pada *bead*.

Untuk silika-kitosan *bead* 2:0 muncul puncak pada  $2\theta = 10,5500^\circ$ ;  $2\theta = 23,4400^\circ$ ;  $2\theta = 22,8400^\circ$ . Terdapat puncak melebar pada kisaran  $2\theta = 21-23^\circ$  dengan puncak tertinggi pada  $2\theta = 23,4400^\circ$ . Menurut Kalapathy dkk. (2000) silika dengan puncak melebar di sekitar  $2\theta = 20-22^\circ$  menunjukkan struktur amorf. Dengan demikian, silika-kitosan *bead* 2:0 yang dibuat juga memiliki struktur amorf pada permukaannya karena pembakaran sekam padi pada  $700^\circ\text{C}$  akan menghasilkan silika dengan bentuk amorf buka kristal.

## BAB 5

### PENUTUP

#### 5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR menunjukkan bahwa pada silika-kitosan *bead* 2:0 terdapat gugus fungsi –OH dari Si-OH; Si-O dari Si-O-Si; Si-O dari Si-OH. Pada silika-kitosan *bead* 0:2 terdapat gugus –OH dan –NH<sub>2</sub>. Pada silika-kitosan *bead* 1:2 terdapat gugus Si-O dari Si-O-Si; Si-O dari Si-OH; dan –NH<sub>2</sub> dari kitosan. Untuk hasil karakterisasi menggunakan XRD diketahui bahwa ketiga adsorben memiliki struktur amorf pada permukaannya.
2. pH optimum adsorpsi ion logam Cd(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada pH 5 untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $2,5694 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $2,6473 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $2,8549 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $3,0294 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $2,7252 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2. Sedangkan pH optimum adsorpsi ion logam Ni(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada pH 5 untuk semua variasi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $2,9330 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $3,2593 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $3,7483 \times 10^{-6}$  mol/g

untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $4,2372 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $3,5844 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2.

3. Waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Cd(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada 60 menit untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $1,4640 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $2,2801 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $2,5442 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $3,0002 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $2,7600 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2. Sedangkan waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Ni(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada 50 menit untuk semua variasi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $1,3559 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $3,3898 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $4,2372 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $4,9152 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $4,4067 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2.
4. Konsentrasi optimum adsorpsi ion logam Cd(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada konsentrasi awal 8 ppm untuk masing-masing variasi komposisi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $7,3145 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $7,1026 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $7,2524 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $7,5558 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $7,1212 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2. Sedangkan konsentrasi optimum adsorpsi ion logam Ni(II) oleh silika-kitosan *bead* yaitu pada

konsentrasi awal 10 ppm untuk semua variasi silika-kitosan *bead* dengan besar penyerapan  $5,4703 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:0;  $6,8449 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $7,4263 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $9,1263 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $7,0081 \times 10^{-6}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2.

5. Kapasitas adsorpsi ion logam Cd(II) untuk silika-kitosan *bead* 2:0 sebesar  $7,3179 \times 10^{-5}$  mol/g;  $6,9008 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $7,2358 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $7,7405 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $7,1204 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2. Sedangkan Kapasitas adsorpsi ion logam Ni(II) untuk silika-kitosan *bead* 2:0 sebesar  $5,8606 \times 10^{-5}$  mol/g;  $5,3347 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:1;  $7,3997 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 2:2;  $7,6144 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 1:2; dan  $6,5811 \times 10^{-5}$  mol/g untuk silika-kitosan *bead* 0:2.

## 5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai kemampuan silika-kitosan *bead* untuk penyerapan logam lain.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai karakterisasi menggunakan SAA untuk mengetahui luas pori dari silika-kitosan *bead*.
3. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai karakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui gambaran bentuk permukaan silika-kitosan *bead*.

## DAFTAR PUSTAKA

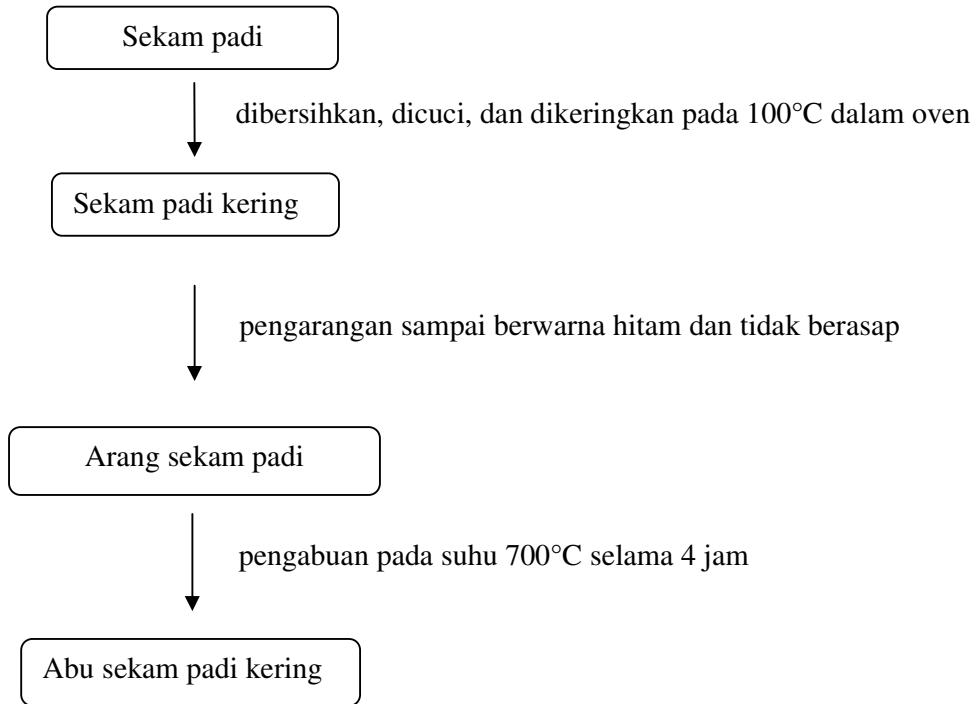
- Amri, A., Supranto, dan Fahrurrozi, M. 2004. Kesetimbangan Adsorpsi Optional Campuran Biner Cd(II) dan Cr(III) dengan Zeolit Alam Terimpregnasi 2-Merkaptobenzotiazol. *Jurnal Natur Indonesia*. Vol. 6, No. 2: 111-117.
- Arifiani, N. 2012. Sintesis Membran Kitosan-Silika Serta Aplikasinya Dalam Proses Filtrasi Air Sadah. *Skripsi S-1*. Semarang : Jurusan Kimia, FMIPA, UNNES.
- Astuti, M.,D., Nurmasari, R., dan Mujiyanti, D.,R. 2012. Imobilisasi 1,8-Dihidroxyanthraquinon Pada Silika Gel Melalui Proses Sol-Gel. *Sains dan Terapan Kimia*. Vol. 6, No. 1 : 25-34.
- Azmiyawati, C., Sriyanti, dan Taslimah. 2005. Adsorpsi Ion Logam Berat Cd(II) pada Silika Gel Terenkapsulasi 3-Merkaptopropiltrimetoksisilan. *Tesis*. Semarang : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro.
- Bhatia, R.B., and C.J. Brinker. 2000. Aqueous Sol Gel Process For Protein Encapsulation. *Chem.Mater.* 12 : 2434-2441.
- Cahyaningrum, S.E., Narsito, Santoso, S.J., dan Agustini, R. 2008. Adsorption of Zn(II) Metal Ion on Chitosan Bead From Shell Shrimp (*Penaeus monodon*). *Jurnal Manusia dan Lingkungan*. Vol. 15, No. 2 : 90-99.
- Darjito, Purwonugroho D., dan Nisa S.N. 2006. Study On Adsorption Of Cd(II) By Chitosan-Alumina. *Indo. J. Chem.* Vol. 6 (3): 238-244.
- Fahmiati, Nuryono, dan Narsito. 2006. Termodinamika Adsorpsi Cd(II), Ni(II), dan Mg(II) pada Silika Gel Termodifikasi 3-Merkapto-1,2,4-Triazol. *Indonesian Journal of Chemistry*. 6(1): 52-55.
- Farda, E. dan Maharani, D.K. 2013. Penetuan pH Optimum dan Kapasitas Adsorpsi Ion Logam Ni(II) oleh Komposit Kitosan-Alumina. *Journal of Chemistry*. Vol. 2, No. 1: 19-23.
- Handayani, Euis. 2009. Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan sebagai Matriks Biopolimer. *Tesis*. Bogor: Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor.
- Handoyo, Kristian. 1996. *Kimia Anorganik*. Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 3 No 2.2002: 98-103.
- Houston, D.F. 1972. *Rice, Chemistry, and Technology*, Vol. IV. American Association of Cereal Chemist, Inc., St.Paul, Minnesota.

- Indrawati, D. dan Cahyaningrum, S.E. 2013. Pengaruh Perbandingan Komposisi Kitosan dan Silika terhadap Karakterisasi Adsorben Kitosan-Silika *Bead*. *Journal of Chemistry*. Vol. 2, No. 1: 8-13.
- Iswari, A.R. 2005. Sintesis Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Asam Klorida. *Skripsi*. Semarang : Jurusan Kimia, FMIPA, UNDIP.
- Jeon, C., dan Holl, W.H. 2003. Chemical Modification of Chitosan and Equilibrium Study for Mercury Ion Removal. *Water Research*. Vol. 37: 4770-4780.
- Kaban, J. 2009. *Modifikasi Kimia dari Kitosan dan Aplikasi Produk yang Dihasilkan*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. 73: 257-262.
- Khazaeli, Payam, Abbas Pardakhty, dan Fershtes Hassanzadech. (2008). Formulation of Ibuprofen Beads by Ionotropic Gelation. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*. Vol. 7(3): 163-170.
- Kholipuk, S. 2012. Perbedaan Penurunan Kandungan Ion Nikel(II) Pada Proses Koagulasi Menggunakan FeSO<sub>4</sub> Dengan Limbah Besi Pada Limbah Elektroplating. *Tugas Akhir II*. Semarang : Jurusan Kimia, FMIPA, UNNES.
- Kurita, K. 2006. Chitin and Chitosan: Functional Biopolymers from Marine Crustacean. *Marine Biotechnology*. 8: 203-226
- Lestari, I., dan Sanova, A. Penyerapan Logam Berat Kadmium (Cd) menggunakan Kitosan Hasil Transformasi Kitin dari Kulit Udang (*Penaeus sp*). ISSN 0852-8349. Vol. 13, No. 1: 09-14.
- Mahmudah, R.A., dan Cahyaningrum, S.E. 2013. Penentuan Konstanta Laju Adsorpsi Ion Logam Cd(II) pada Kitosan *Bead* dan Kitosan-Silika *Bead*. *Journal of Chemistry*. Vol. 2, No. 1: 94-99
- Meriatna. 2008. Penggunaan Membran Kitosan untuk Menurunkan Kadar Logam Krom (Cr) dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Industri Pelapisan Logam. *Tesis*. Medan: Sekolah Pascasarjana, Universitas Sumatera Utara.
- Mujiyanti, D.R., Nuryono, dan Kunarti, E.,S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia*. Vol. 4, No. 2, 150-167.
- Puspitasari, A. 2007. Pembuatan Dan Pemanfaatan Kitosan Sulfat Dari Cangkang Bekicot (*Achatina fullica*) Sebagai Adsorben Zat Warna Remazol Yellow

- FG 6. Skripsi. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret.
- Rabea, E.I., dkk. 2003. Chitosan as Antimicrobial Agent: Applications And Mode Of Action. *Biomacromolecules*. 2003. No (6) 1457-1465.
- Rahmi dan Julinawati. 2009. Application of Modified Khitosan for Adsorben Ionic Cu<sup>2+</sup> Metal in Diesel Oil. *Journal Natural*. Vol 9(2).
- Rapierna, A. 2012. Sintesis Dan Pemanfaatan Membran Kitosan-Silika Sebagai Membran Pemisah Ion Logam Zn<sup>2+</sup> dan Fe<sup>2+</sup>. *Tugas Akhir II*. Semarang : Jurusan Kimia, FMIPA, UNNES.
- Rowe, R.C., dkk. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipient 6<sup>th</sup> ed.* London: The Pharmaceutical Press. 159-161
- Sriyanti, Azmiyawati C., dan Taslimah. 2005. Adsorpsi Kadmium(II) Pada Bahan Hibrida Tiol-Silika Dari Abu Sekam Padi. *JSKA*. Vol. VIII, No. 2: 1-12.
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono, dan Narsito. 2005. Sintesis bahan hibrida Amino Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel. *JKSA*. Vol. VII, No.1: 1-10.
- Sudaryanto., Evi Y., Arbi D & Heri J. 2012. Pengembangan Elektrolit Padat Berbasis Kitosan untuk Baterai Kendaraan Listrik. *Prossiding insiNas 2012*. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir. BATAN
- Sukmawati. 2006. Penggunaan Kitosan Manik Sebagai Adsorben Untuk Menurunkan Kadar Pb(II) dan Cr(II) dalam Limbah Cair Industri Pelapisan Logam. *Tesis*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Wan Ngah, W.S., dan Fatinathan, S. 2008. Adsorption of Cu(II) Ions in Aqueous Solution Using Chitosan Beads, Chitosan-GLA Beads, and Chitosan-Alginate Beads. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 143: 62-72
- Wan Ngah, W.S., Kamari, A., dan Fatinathan, S. 2006. Adsorption of Chromium from Aqueous Solution Using Chitosan Beads. *Adsorption*. Vol. 12: 249-257.
- Wogo, H.E., Segu, J.O., dan Ola, P.D. 2011. Sintesis Silika Gel Terimobilisasi Dithizon melalui Proses Sol-Gel. *Sains dan Terapan Kimia*. Vol. 5, No. 1: 84-95.
- Yudo, S. dan Nusa, I.S. 2005. Pengolahan Air Limbah Industri Kecil Pelapisan Logam. *Jurnal Pengolahan Air Limbah*. Vol 1(1). Pusat Pengkajian dan Penerapan Teknologi Lingkungan. BPPT.
- Yunianti S. dan Maharani D.K. 2012. Pemanfaatan Membran Kitosan-Silika Untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Pb(II) Dalam Larutan. *Journal of Chemistry*. Vol. 1, No. 1: 108-115.

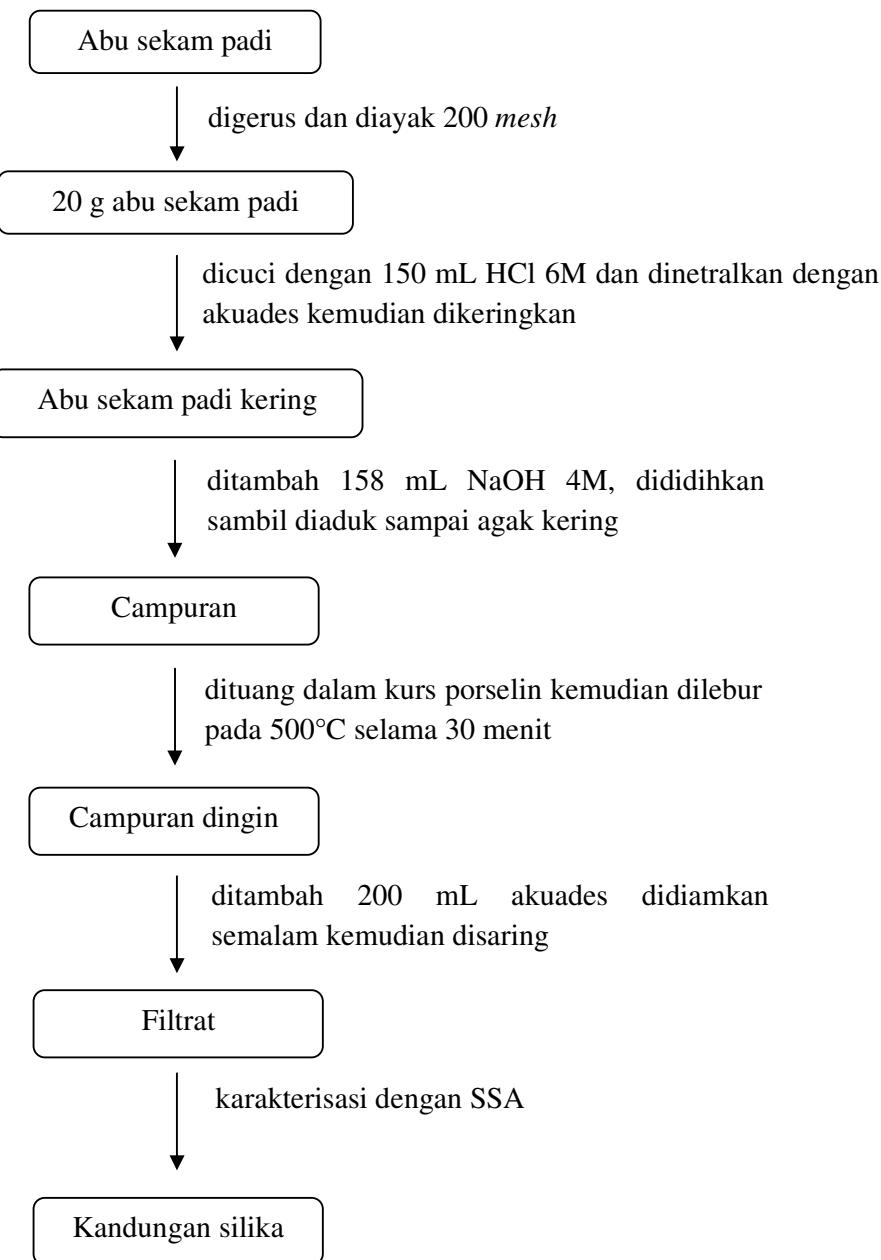
## Lampiran 1

### Pembuatan Abu Sekam Padi



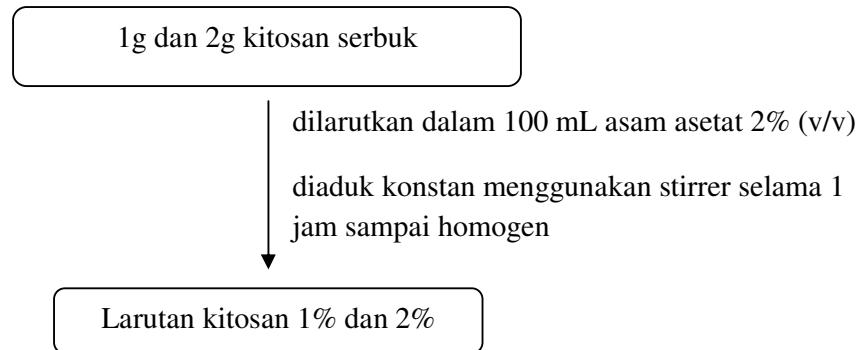
## Lampiran 2

## Pembuatan Larutan Natrium Silikat

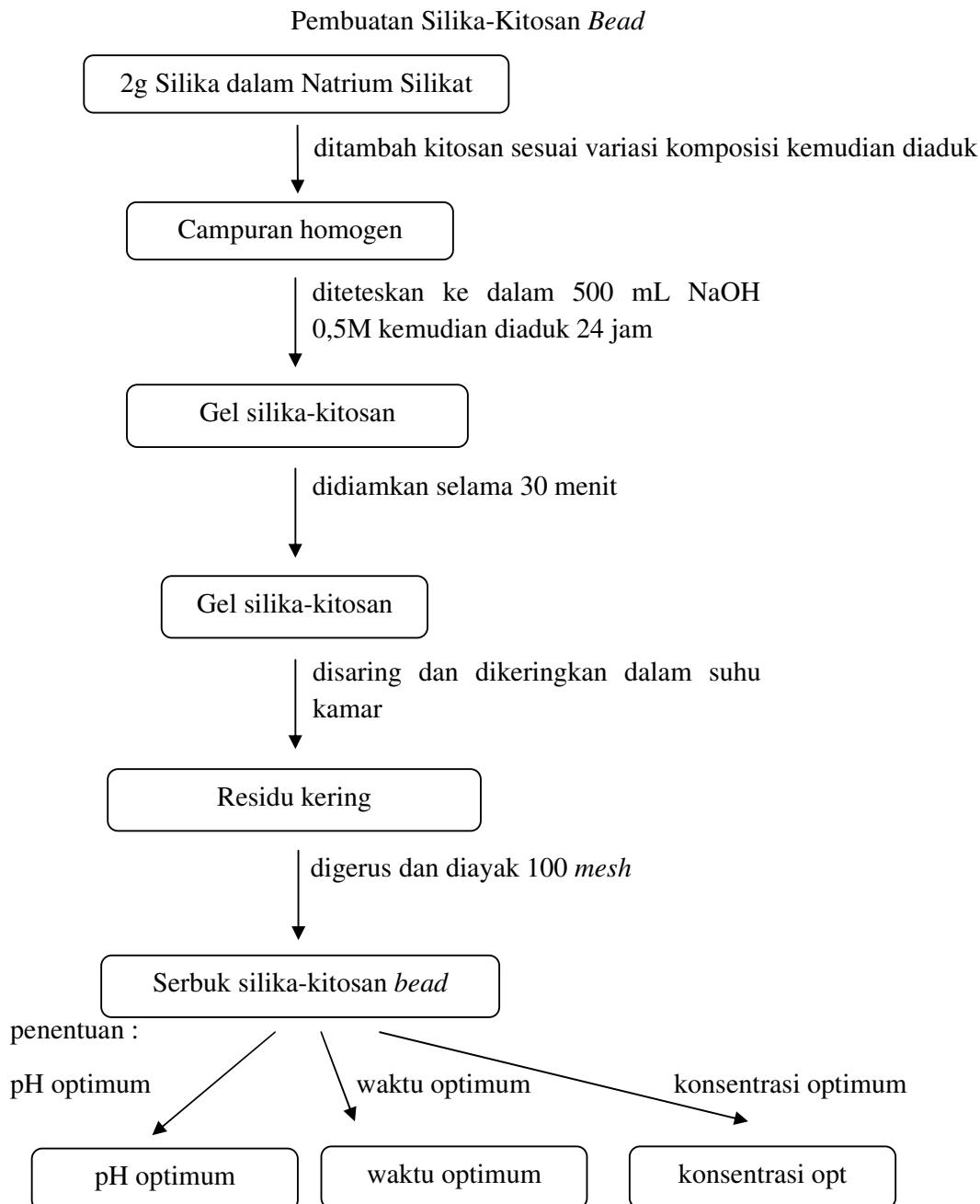


## Lampiran 3

## Pembuatan Larutan Kitosan

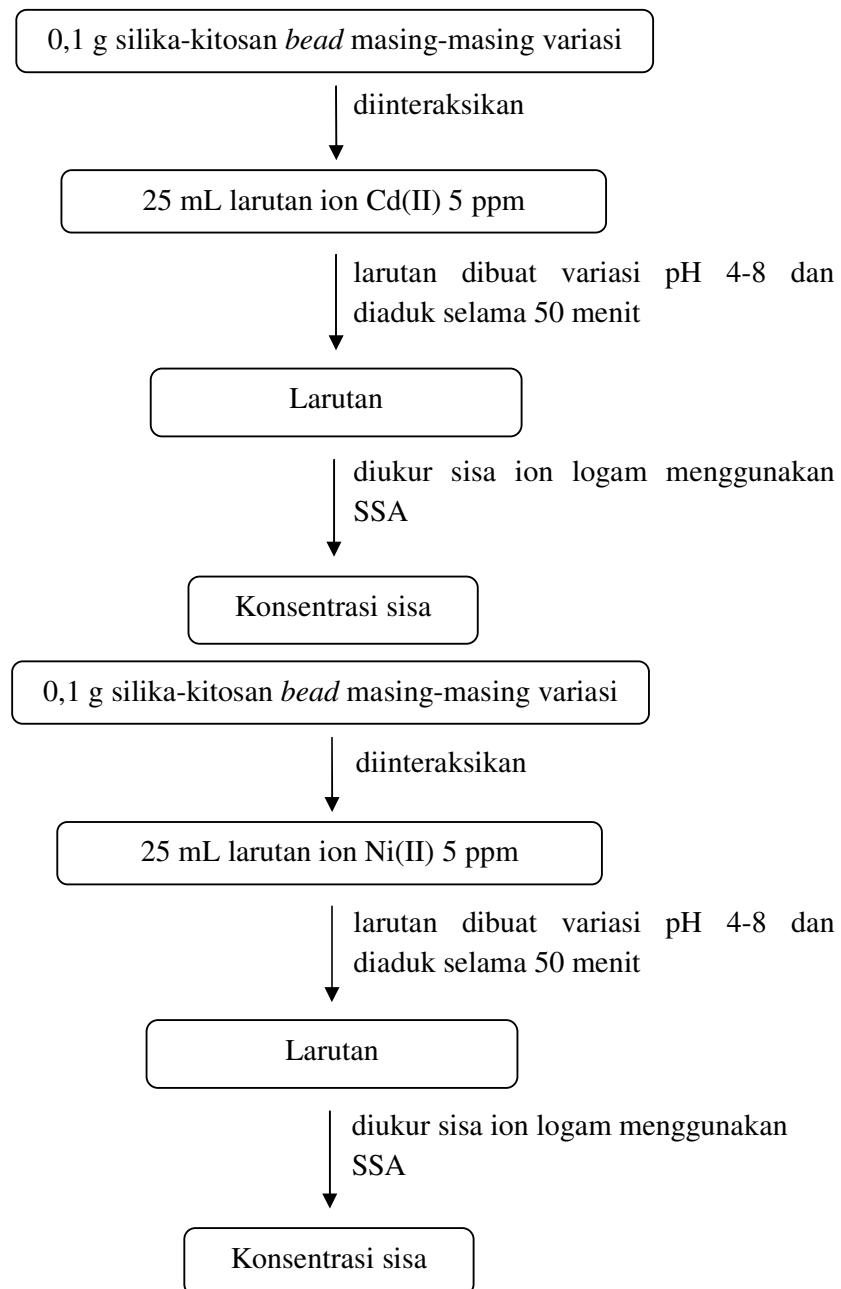


## Lampiran 4



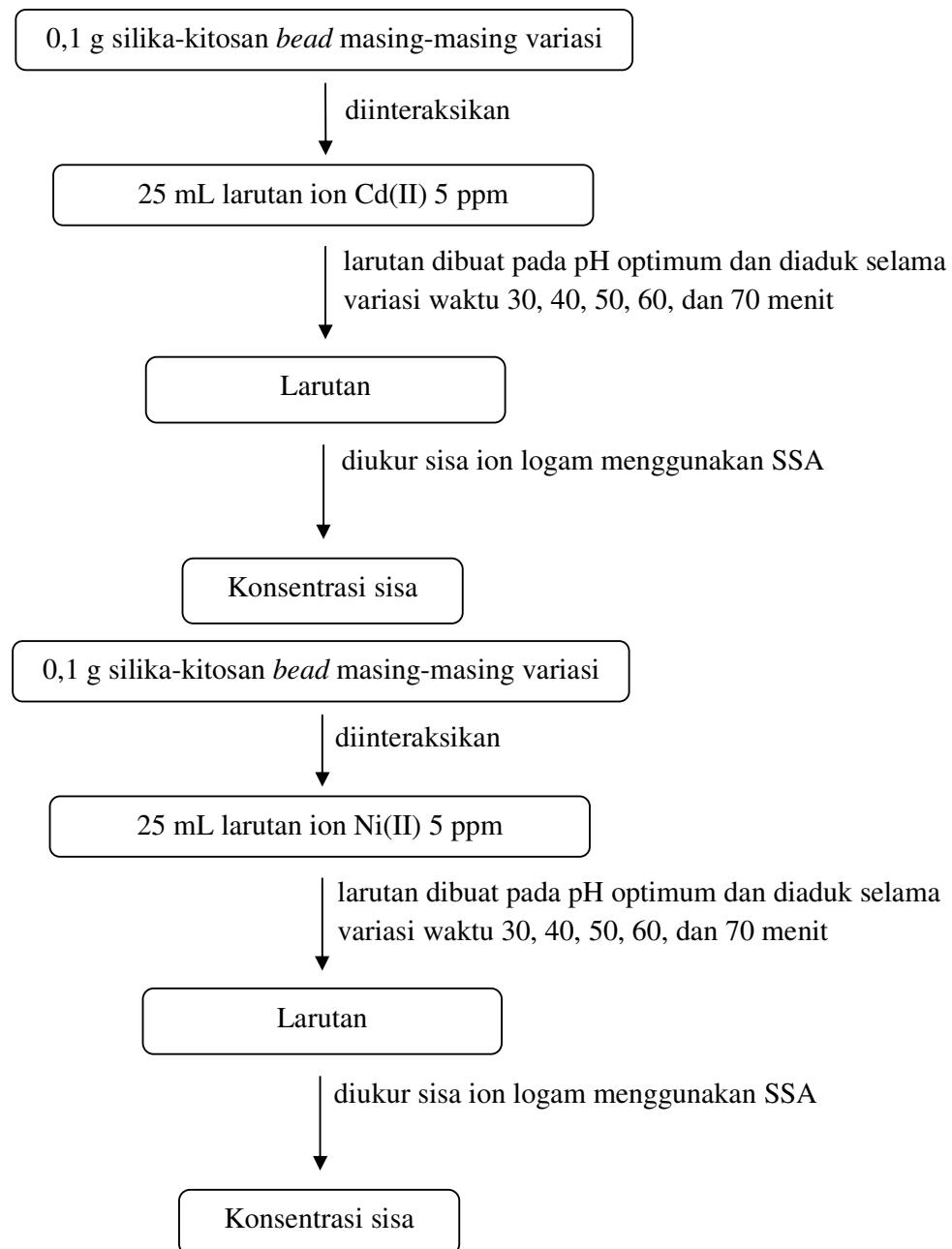
## Lampiran 5

## Penentuan pH Optimum



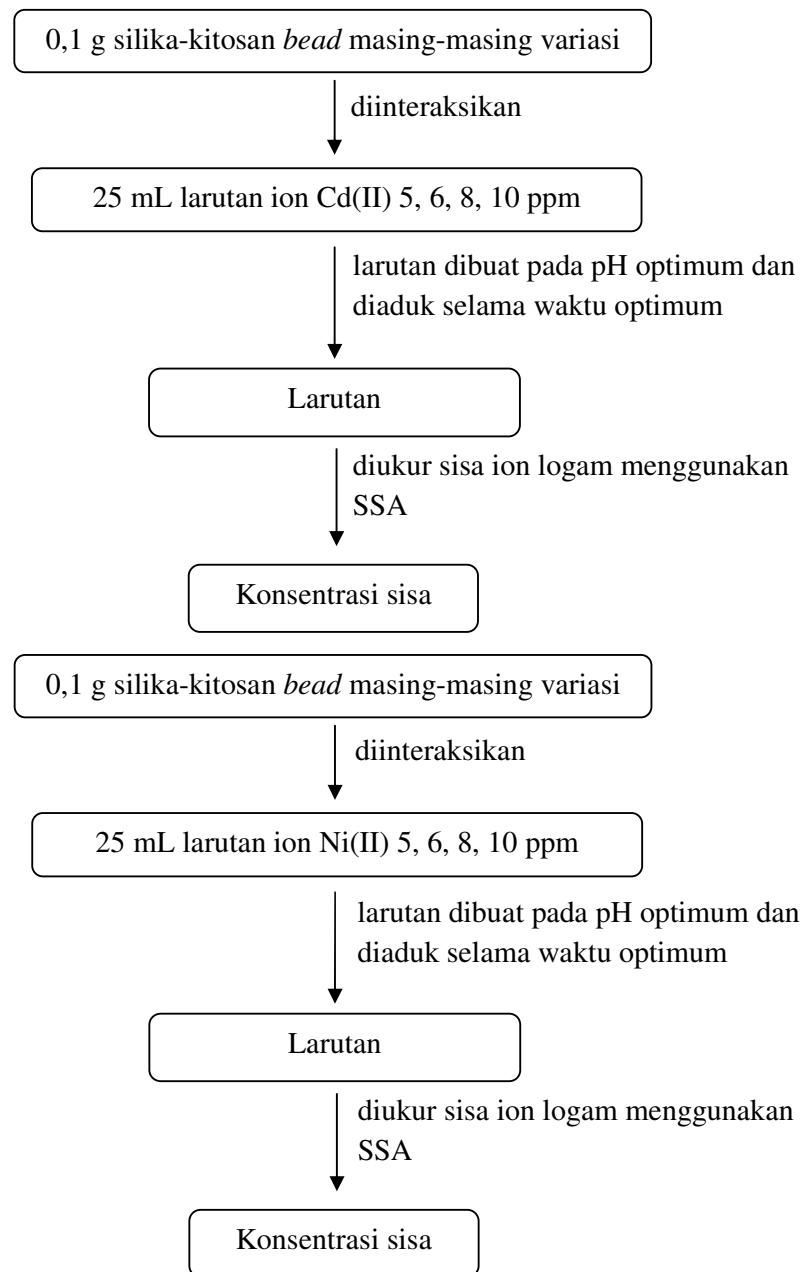
## Lampiran 6

## Penentuan Waktu Kontak Optimum

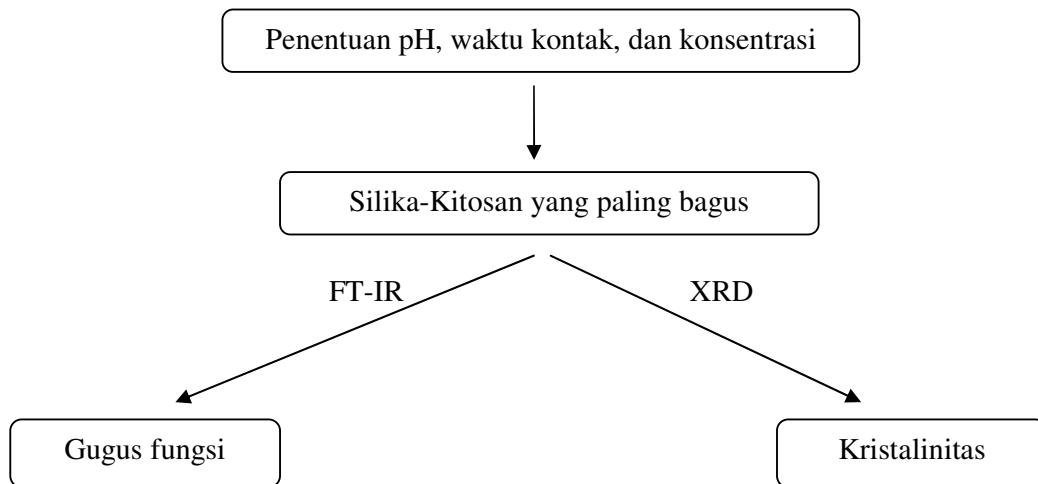


## Lampiran 7

## Penentuan Konsentrasi Optimum



## Lampiran 8

Karakterisasi Adsorben Silika-Kitosan *Bead*

## Lampiran 9

## Penentuan Silika Pada Larutan Natrium Silikat

**HASIL ANALISIS**


---

|               |   |                                       |
|---------------|---|---------------------------------------|
| No.           | : | 4584/HA-KA/05/13                      |
| Pengirim      | : | <b>SETA KAHARDIAN</b>                 |
| Alamat        | : | UNNES Semarang                        |
| Jenis sampel  | : | Cair (larutan ekstrak abu sekam padi) |
| Jumlah sampel | : | 2 bh                                  |
| Penentuan     | : | Kadar Si                              |
| Tgl. Analisis | : | 08 Mei 2013                           |

---

| NO | KODE SAMPEL | PARA METER | HASIL PENGUKURAN (ppm) |           |           | METODE                   |
|----|-------------|------------|------------------------|-----------|-----------|--------------------------|
|    |             |            | I                      | II        | III       |                          |
| 1. | A           | Si         | 43212,670              | 43608,597 | 44004,525 | Atomic Absorption Spect. |
| 2. | B           | Si         | 39649,321              | 40441,176 | 40045,249 | "                        |

$$\begin{aligned}
kadar Si rata - rata &= \frac{43212,670 + 43608,597 + 44004,525}{3} \text{ ppm} \\
&= \frac{130825,792}{3} \text{ ppm} \\
&= 43608,59733 \text{ ppm} \\
43608,59733 \text{ ppm} &= 43608,59733 \text{ } ^{mg}/_L (\text{dijadikan } ^g/_m L) \\
&= 43608,59733 \text{ } \frac{1}{1000} \text{ } ^g/\text{mL} \\
&= 0,04360859733 \text{ } ^g/_m L (\text{dikalikan } ^{200}/_{200}) \\
kadar Si &= 8,721719467 \text{ } ^g/_{200 \text{ mL}} \\
tiap 1 gram Si &= 200 \text{ mL}/_{8,721719467 \text{ g}} \\
&= 22,93125808 \text{ mL/g}
\end{aligned}$$

## Lampiran 10

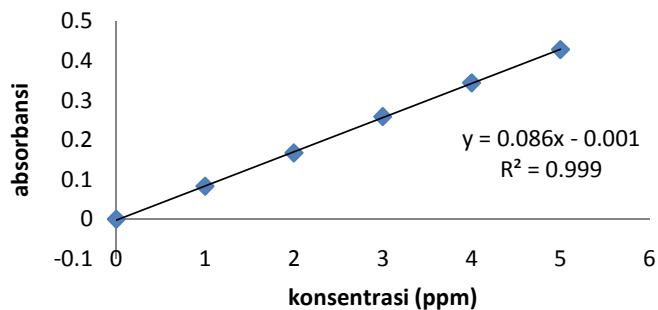
### Pembuatan Kurva Kalibrasi

#### 1. Kurva kalibrasi penentuan pH optimum

##### 1.1 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Cd(II)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,083      |
| 2                 | 0,167      |
| 3                 | 0,259      |
| 4                 | 0,344      |
| 5                 | 0,428      |

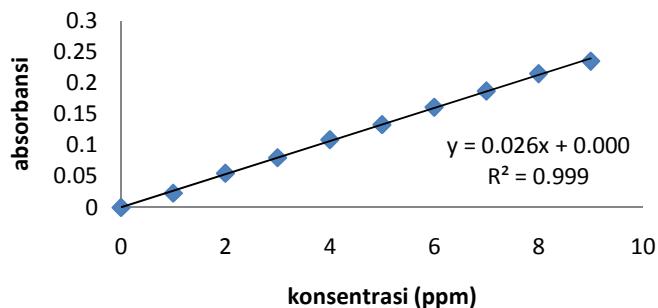
### Kurva Kalibrasi Cd(II)



##### 1.2 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Ni(II)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,023      |
| 2                 | 0,055      |
| 3                 | 0,080      |
| 4                 | 0,109      |
| 5                 | 0,133      |
| 6                 | 0,161      |
| 7                 | 0,187      |
| 8                 | 0,215      |
| 9                 | 0,235      |

### Kurva Kalibrasi Ni(II)

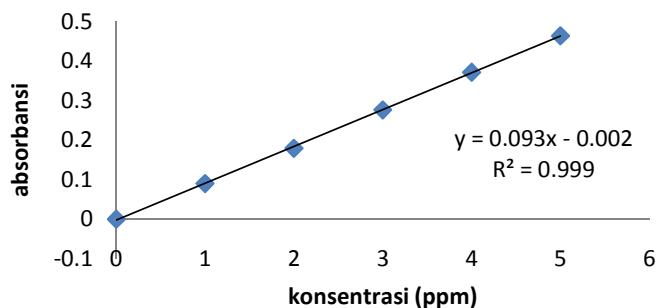


## 2. Kurva kalibrasi penentuan waktu kontak optimum

### 2.1 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Cd(II)

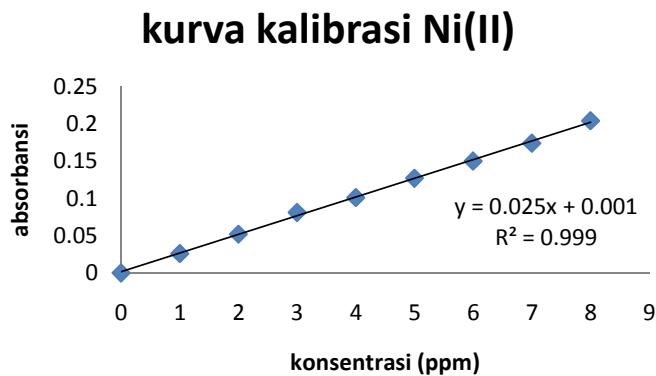
| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,090      |
| 2                 | 0,179      |
| 3                 | 0,268      |
| 4                 | 0,357      |
| 5                 | 0,446      |

### kurva kalibrasi Cd(II)



## 2.2 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Ni(II)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,026      |
| 2                 | 0,052      |
| 3                 | 0,081      |
| 4                 | 0,101      |
| 5                 | 0,127      |
| 6                 | 0,150      |
| 7                 | 0,174      |
| 8                 | 0,204      |

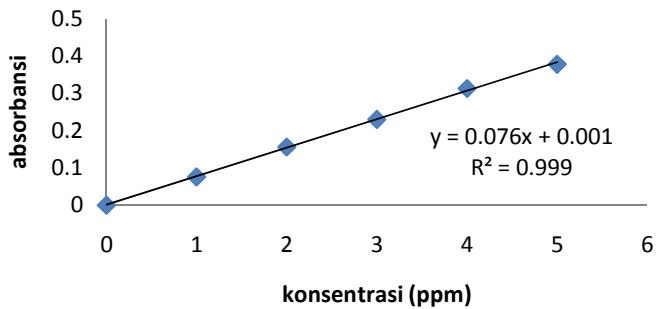


### 3. Kurva kalibrasi penentuan konsentrasi optimum

#### 3.1 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Cd(II)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,076      |
| 2                 | 0,156      |
| 3                 | 0,230      |
| 4                 | 0,313      |
| 5                 | 0,378      |

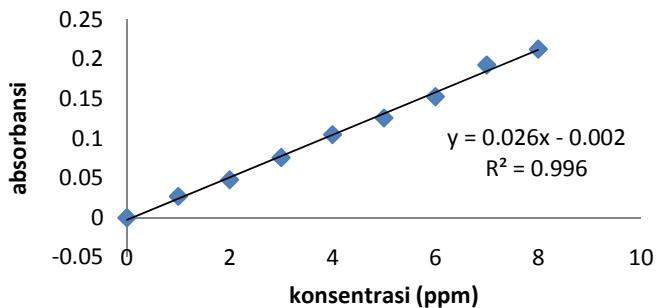
### kurva kalibrasi Cd(II)



### 3.2 Data absorbansi kurva kalibrasi logam Ni(II)

| Konsentrasi (ppm) | Absorbansi |
|-------------------|------------|
| 0                 | 0,000      |
| 1                 | 0,027      |
| 2                 | 0,048      |
| 3                 | 0,076      |
| 4                 | 0,105      |
| 5                 | 0,126      |
| 6                 | 0,153      |
| 7                 | 0,193      |
| 8                 | 0,213      |

### Kurva kalibrasi Ni(II)



## Lampiran 11

### Penentuan pH Optimum

#### 1. Perhitungan logam Cd(II)

| silika:kitosan | pH | C awal<br>(mg/L) | Abs   | C sisa<br>(mg/L) | C terjerap<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|----|------------------|-------|------------------|----------------------|-------------|
| (2:0)          | 4  | 3,2209           | 0,189 | 2,2093           | 1,0116               | 0,2529      |
|                | 5  | 3,2441           | 0,179 | 2,0930           | 1,1511               | 0,2877      |
|                | 6  | 3,2441           | 0,182 | 2,1279           | 1,1162               | 0,2790      |
|                | 7  | 3,1744           | 0,188 | 2,1976           | 0,9768               | 0,2442      |
|                | 8  | 3,2209           | 0,190 | 2,3372           | 0,8837               | 0,2209      |
| (2:1)          | 4  | 3,2209           | 0,186 | 2,1627           | 1,0582               | 0,2645      |
|                | 5  | 3,2441           | 0,176 | 2,0581           | 1,1860               | 0,2965      |
|                | 6  | 3,2441           | 0,178 | 2,0813           | 1,1628               | 0,2907      |
|                | 7  | 3,1744           | 0,186 | 2,1744           | 1,0000               | 0,2500      |
|                | 8  | 3,2209           | 0,187 | 2,3139           | 0,9070               | 0,2267      |
| (2:2)          | 4  | 3,2209           | 0,176 | 2,0581           | 1,1628               | 0,2907      |
|                | 5  | 3,2441           | 0,168 | 1,9651           | 1,2790               | 0,3197      |
|                | 6  | 3,2441           | 0,170 | 1,9883           | 1,2558               | 0,3139      |
|                | 7  | 3,1744           | 0,179 | 2,0930           | 1,0814               | 0,2703      |
|                | 8  | 3,2209           | 0,180 | 2,1744           | 1,0465               | 0,2616      |
| (1:2)          | 4  | 3,2209           | 0,174 | 2,0348           | 1,1861               | 0,2965      |
|                | 5  | 3,2441           | 0,163 | 1,8869           | 1,3572               | 0,3393      |
|                | 6  | 3,2441           | 0,169 | 1,9767           | 1,2674               | 0,3168      |
|                | 7  | 3,1744           | 0,177 | 2,0697           | 1,1047               | 0,2761      |
|                | 8  | 3,2209           | 0,178 | 2,0000           | 1,0582               | 0,2645      |
| (0:2)          | 4  | 3,2209           | 0,181 | 2,1162           | 1,1047               | 0,2761      |
|                | 5  | 3,2441           | 0,173 | 2,0232           | 1,2209               | 0,3052      |
|                | 6  | 3,2441           | 0,175 | 2,0465           | 1,1976               | 0,2994      |
|                | 7  | 3,1744           | 0,183 | 2,1395           | 1,0349               | 0,2587      |
|                | 8  | 3,2209           | 0,184 | 2,2325           | 0,9884               | 0,2471      |

Contoh perhitungan :

Keadaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada pH 4** dengan

persamaan regresi **Y = 0,086X – 0,001** dimana Y = absorbansi dan X = konsentrasi

- a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,086X - 0,001$$

$$0,189 = 0,086X - 0,001$$

$$0,086X = 0,189 + 0,001$$

$$X = 0,190/0,086$$

$$X = 2,2093 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}} = 3,2209 - 2,2093 = 1,0116 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = (C_{\text{terjerap}} \times \text{volume dlm liter}) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = (1,0116 \times 0,025) / 0,1$$

$$q = 0,2529 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi.

## 2. Perhitungan logam Ni(II)

| silika:kitosan | pH | C awal<br>(mg/L) | Abs   | C sisa<br>(mg/L) | C terjerap<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|----|------------------|-------|------------------|----------------------|-------------|
| (2:0)          | 4  | 5,0000           | 0,113 | 4,3461           | 0,6539               | 0,1634      |
|                | 5  | 4,9615           | 0,111 | 4,2693           | 0,6922               | 0,1730      |
|                | 6  | 4,8461           | 0,115 | 4,4230           | 0,4231               | 0,1057      |
|                | 7  | 4,9230           | 0,121 | 4,6538           | 0,2692               | 0,0673      |
|                | 8  | 4,9615           | 0,122 | 4,6923           | 0,2692               | 0,0673      |
| (2:1)          | 4  | 5,0000           | 0,112 | 4,3076           | 0,6924               | 0,1731      |
|                | 5  | 4,9615           | 0,109 | 4,1923           | 0,7692               | 0,1923      |
|                | 6  | 4,8461           | 0,113 | 4,3461           | 0,5000               | 0,1250      |
|                | 7  | 4,9230           | 0,119 | 4,5769           | 0,3461               | 0,0865      |
|                | 8  | 4,9615           | 0,121 | 4,6538           | 0,3077               | 0,0769      |
| (2:2)          | 4  | 5,0000           | 0,108 | 4,1538           | 0,8462               | 0,2115      |
|                | 5  | 4,9615           | 0,106 | 4,0769           | 0,8846               | 0,2211      |
|                | 6  | 4,8461           | 0,109 | 4,1923           | 0,6538               | 0,1634      |
|                | 7  | 4,9230           | 0,115 | 4,4230           | 0,5000               | 0,1250      |
|                | 8  | 4,9615           | 0,117 | 4,5000           | 0,4615               | 0,1153      |
| (1:2)          | 4  | 5,0000           | 0,106 | 4,0769           | 0,9231               | 0,2307      |

|       |   |        |       |        |        |        |
|-------|---|--------|-------|--------|--------|--------|
|       | 5 | 4,9615 | 0,103 | 3,9615 | 1,0000 | 0,2500 |
|       | 6 | 4,8461 | 0,107 | 4,1153 | 0,7308 | 0,1827 |
|       | 7 | 4,9230 | 0,113 | 4,3465 | 0,5765 | 0,1441 |
|       | 8 | 4,9615 | 0,114 | 4,3846 | 0,5769 | 0,1442 |
| (0:2) | 4 | 5,0000 | 0,109 | 4,1923 | 0,8077 | 0,2019 |
|       | 5 | 4,9615 | 0,107 | 4,1153 | 0,8462 | 0,2115 |
|       | 6 | 4,8461 | 0,110 | 4,2327 | 0,6134 | 0,1533 |
|       | 7 | 4,9230 | 0,116 | 4,4615 | 0,4615 | 0,1153 |
|       | 8 | 4,9615 | 0,118 | 4,5384 | 0,4231 | 0,1057 |

Contoh perhitungan :

Keadaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada pH 4** dengan persamaan regresi **Y = 0,026X + 0,000** dimana Y = absorbansi dan X = konsentrasi

a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,026X + 0,000$$

$$0,113 = 0,026X + 0,000$$

$$0,026X = 0,113 - 0,000$$

$$X = 0,113/0,026$$

$$X = 4,3461 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{awal} - C_{sisa} = 5,0000 - 4,4361 = 0,6539 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = ( C_{terjerap} \times \text{volume dlm liter} ) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = ( 0,6539 \times 0,025 ) / 0,1$$

$$q = 0,1634 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi

## Lampiran 12

## Penentuan Waktu Kontak Optimum

## 1. Perhitungan logam Cd(II)

| silika:kitosan | waktu<br>(menit) | C awal<br>(mg/L) | Abs   | C sisa<br>(mg/L) | C terjerap<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|------------------|------------------|-------|------------------|----------------------|-------------|
| (2:0)          | 30               | 5,7311           | 0,516 | 5,5698           | 0,1613               | 0,0403      |
|                | 40               | 5,7311           | 0,500 | 5,3978           | 0,3333               | 0,0833      |
|                | 50               | 5,7311           | 0,486 | 5,2473           | 0,4838               | 0,1209      |
|                | 60               | 5,7311           | 0,471 | 5,0860           | 0,6451               | 0,1612      |
|                | 70               | 5,7311           | 0,470 | 5,0752           | 0,6559               | 0,1639      |
| (2:1)          | 30               | 5,7311           | 0,465 | 5,0215           | 0,7096               | 0,1774      |
|                | 40               | 5,7311           | 0,452 | 4,8817           | 0,8494               | 0,2123      |
|                | 50               | 5,7311           | 0,446 | 4,8172           | 0,9139               | 0,2284      |
|                | 60               | 5,7311           | 0,436 | 4,7096           | 1,0215               | 0,2553      |
|                | 70               | 5,7311           | 0,437 | 4,7204           | 1,0107               | 0,2526      |
| (2:2)          | 30               | 5,7311           | 0,439 | 4,7419           | 0,9892               | 0,2473      |
|                | 40               | 5,7311           | 0,432 | 4,6667           | 1,0644               | 0,2661      |
|                | 50               | 5,7311           | 0,430 | 4,6451           | 1,0860               | 0,2715      |
|                | 60               | 5,7311           | 0,425 | 4,5913           | 1,1398               | 0,2849      |
|                | 70               | 5,7311           | 0,425 | 4,5913           | 1,1398               | 0,2849      |
| (1:2)          | 30               | 5,7311           | 0,427 | 4,6129           | 1,1182               | 0,2795      |
|                | 40               | 5,7311           | 0,417 | 4,5053           | 1,2258               | 0,3064      |
|                | 50               | 5,7311           | 0,413 | 4,4623           | 1,2688               | 0,3172      |
|                | 60               | 5,7311           | 0,406 | 4,3870           | 1,3441               | 0,3360      |
|                | 70               | 5,7311           | 0,406 | 4,3870           | 1,3441               | 0,3360      |
| (0:2)          | 30               | 5,7311           | 0,437 | 4,7204           | 1,0107               | 0,2526      |
|                | 40               | 5,7311           | 0,426 | 4,6021           | 1,1290               | 0,2822      |
|                | 50               | 5,7311           | 0,428 | 4,6236           | 1,1075               | 0,2768      |
|                | 60               | 5,7311           | 0,418 | 4,5161           | 1,2150               | 0,3037      |
|                | 70               | 5,7311           | 0,416 | 4,4946           | 1,2365               | 0,3091      |

Contoh perhitungan :

Kedaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada waktu 30**

**menit** dengan persamaan regresi  $Y = 0,093X - 0,002$  dimana  $Y =$  absorbansi dan  $X =$  konsentrasi

a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,093X - 0,002$$

$$0,516 = 0,093X - 0,002$$

$$0,093X = 0,516 + 0,002$$

$$X = 0,517/0,093$$

$$X = 5,5698 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}} = 5,7311 - 5,5698 = 0,1613 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = (C_{\text{terjerap}} \times \text{volume dlm liter}) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = (0,1613 \times 0,025) / 0,1$$

$$q = 0,0403 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi

2. Perhitungan logam Ni(II)

| silika:kitosan | waktu<br>(menit) | C awal<br>(mg/L) | Abs   | C sisa<br>(mg/L) | C terjerap<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|------------------|------------------|-------|------------------|----------------------|-------------|
| (2:0)          | 30               | 5,72             | 0,137 | 5,44             | 0,28                 | 0,07        |
|                | 40               | 5,72             | 0,138 | 5,48             | 0,24                 | 0,06        |
|                | 50               | 5,72             | 0,136 | 5,40             | 0,32                 | 0,08        |
|                | 60               | 5,72             | 0,136 | 5,40             | 0,32                 | 0,08        |
|                | 70               | 5,72             | 0,136 | 5,40             | 0,32                 | 0,08        |
| (2:1)          | 30               | 5,72             | 0,128 | 5,08             | 0,64                 | 0,16        |
|                | 40               | 5,72             | 0,127 | 5,04             | 0,68                 | 0,17        |
|                | 50               | 5,72             | 0,124 | 4,92             | 0,80                 | 0,20        |
|                | 60               | 5,72             | 0,123 | 4,88             | 0,84                 | 0,21        |
|                | 70               | 5,72             | 0,124 | 4,92             | 0,80                 | 0,20        |
| (2:2)          | 30               | 5,72             | 0,120 | 4,76             | 0,96                 | 0,24        |
|                | 40               | 5,72             | 0,120 | 4,76             | 0,96                 | 0,24        |
|                | 50               | 5,72             | 0,119 | 4,72             | 1,00                 | 0,25        |
|                | 60               | 5,72             | 0,120 | 4,76             | 0,96                 | 0,24        |
|                | 70               | 5,72             | 0,120 | 4,76             | 0,96                 | 0,24        |
| (1:2)          | 30               | 5,72             | 0,120 | 4,76             | 0,96                 | 0,24        |

|       |    |      |       |      |      |      |
|-------|----|------|-------|------|------|------|
|       | 40 | 5,72 | 0,118 | 4,68 | 1,04 | 0,26 |
|       | 50 | 5,72 | 0,117 | 4,64 | 1,08 | 0,27 |
|       | 60 | 5,72 | 0,116 | 4,60 | 1,12 | 0,28 |
|       | 70 | 5,72 | 0,115 | 4,56 | 1,16 | 0,29 |
| (0:2) | 30 | 5,72 | 0,121 | 4,80 | 0,92 | 0,23 |
|       | 40 | 5,72 | 0,120 | 4,76 | 0,96 | 0,24 |
|       | 50 | 5,72 | 0,118 | 4,68 | 1,04 | 0,26 |
|       | 60 | 5,72 | 0,121 | 4,80 | 0,92 | 0,23 |
|       | 70 | 5,72 | 0,121 | 4,80 | 0,92 | 0,23 |

Contoh perhitungan :

Keadaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada waktu 30**

**menit** dengan persamaan regresi  $Y = 0,025X + 0,001$  dimana  $Y =$  absorbansi dan  $X =$  konsentrasi

a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,025X + 0,001$$

$$0,137 = 0,025X + 0,001$$

$$0,025X = 0,137 - 0,001$$

$$X = 0,136/0,025$$

$$X = 5,44 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}} = 5,72 - 5,44 = 0,28 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = (C_{\text{terjerap}} \times \text{volume dlm liter}) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = (0,28 \times 0,025) / 0,1$$

$$q = 0,07 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi

## Lampiran 13

## Penentuan Konsentrasi Optimum

## 1. Perhitungan logam Cd(II)

| silika:kitosan | Co<br>(mg/L) | Abs   | C sisa<br>(mg/L) | C terjerap<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|--------------|-------|------------------|----------------------|-------------|
| (2:0)          | 4,2368       | 0,235 | 3,0789           | 1,1579               | 0,2894      |
|                | 6,0789       | 0,292 | 3,8289           | 2,2500               | 0,5625      |
|                | 8,1973       | 0,187 | 4,9204           | 3,2769               | 0,8192      |
|                | 9,0571       | 0,221 | 5,8071           | 3,2500               | 0,8125      |
|                | 10,3394      | 0,270 | 7,0820           | 3,2574               | 0,8143      |
|                | 11,2583      | 0,304 | 7,9985           | 3,2598               | 0,8149      |
|                | 12,1196      | 0,337 | 8,8499           | 3,2697               | 0,8174      |
|                | 13,3720      | 0,384 | 10,1027          | 3,2693               | 0,8173      |
|                | 14,1863      | 0,415 | 10,9152          | 3,2711               | 0,8177      |
| (2:1)          | 4,2368       | 0,241 | 3,1578           | 1,0790               | 0,2697      |
|                | 6,0789       | 0,301 | 3,9473           | 2,1316               | 0,5329      |
|                | 8,1973       | 0,191 | 5,0153           | 3,1820               | 0,7955      |
|                | 9,0571       | 0,225 | 5,9124           | 3,1447               | 0,7861      |
|                | 10,3394      | 0,274 | 7,1994           | 3,1400               | 0,7850      |
|                | 11,2583      | 0,308 | 8,0976           | 3,1607               | 0,7901      |
|                | 12,1196      | 0,341 | 8,9703           | 3,1493               | 0,7873      |
|                | 13,3720      | 0,389 | 10,2297          | 3,1423               | 0,7855      |
|                | 14,1863      | 0,421 | 11,0725          | 3,1138               | 0,7784      |
| (2:2)          | 4,2368       | 0,237 | 3,1052           | 1,1316               | 0,2829      |
|                | 6,0789       | 0,235 | 3,8684           | 2,2105               | 0,5526      |
|                | 8,1973       | 0,189 | 4,9482           | 3,2491               | 0,8122      |
|                | 9,0571       | 0,222 | 5,8334           | 3,2237               | 0,8059      |
|                | 10,3394      | 0,271 | 7,1161           | 3,2233               | 0,8058      |
|                | 11,2583      | 0,305 | 8,0230           | 3,2353               | 0,8088      |
|                | 12,1196      | 0,338 | 8,8862           | 3,2334               | 0,8083      |
|                | 13,3720      | 0,386 | 10,1347          | 3,2373               | 0,8093      |
|                | 14,1863      | 0,416 | 10,9468          | 3,2395               | 0,8098      |
| (1:2)          | 4,2368       | 0,244 | 3,1973           | 1,0395               | 0,2598      |
|                | 6,0789       | 0,303 | 3,9736           | 2,1053               | 0,5263      |
|                | 8,1973       | 0,183 | 4,8123           | 3,3850               | 0,8462      |
|                | 9,0571       | 0,227 | 5,9519           | 3,1052               | 0,7763      |
|                | 10,3394      | 0,270 | 7,0840           | 3,2554               | 0,8138      |
|                | 11,2583      | 0,303 | 7,9531           | 3,3052               | 0,8263      |
|                | 12,1196      | 0,334 | 8,7636           | 3,3560               | 0,8390      |
|                | 13,3720      | 0,383 | 10,0687          | 3,3033               | 0,8258      |

|       |         |       |         |        |        |
|-------|---------|-------|---------|--------|--------|
|       | 14,1863 | 0,411 | 10,8036 | 3,3827 | 0,8456 |
| (0:2) | 4,2368  | 0,239 | 3,1315  | 1,1053 | 0,2763 |
|       | 6,0789  | 0,299 | 3,9210  | 2,1579 | 0,5394 |
|       | 8,1973  | 0,191 | 5,0070  | 3,1903 | 0,7975 |
|       | 9,0571  | 0,225 | 5,8992  | 3,1579 | 0,7894 |
|       | 10,3394 | 0,273 | 7,1775  | 3,1619 | 0,7904 |
|       | 11,2583 | 0,308 | 8,0910  | 3,1673 | 0,7918 |
|       | 12,1196 | 0,340 | 8,9472  | 3,1724 | 0,7931 |
|       | 13,3720 | 0,388 | 10,1938 | 3,1782 | 0,7945 |
|       | 14,1863 | 0,419 | 11,0017 | 3,1846 | 0,7961 |

Ket : pada konsentrasi awal 8-14 ppm dilakukan pengenceran 2 kali.

Contoh perhitungan :

Keadaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada konsentrasi awal 4 ppm** dengan persamaan regresi  **$Y = 0,076X + 0,001$**  dimana  **$Y$**  = absorbansi dan  **$X$**  = konsentrasi

a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,076X + 0,001$$

$$0,235 = 0,076X + 0,001$$

$$0,076X = 0,235 - 0,001$$

$$X = 0,234/0,076$$

$$X = 3,0789 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}} = 4,2368 - 3,0789 = 1,1579 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = ( C_{\text{terjerap}} \times \text{volume dlm liter} ) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = ( 1,1579 \times 0,025 ) / 0,1$$

$$q = 0,2894 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi

Data optimasi konsentrasi dapat digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dari masing-masing adsorben dengan menggunakan persamaan

$$\text{Langmuir} \quad \frac{1}{Q_e} = \frac{1}{Q_0 K} \frac{1}{C_e} + \frac{1}{Q_0}$$

| silika:kitosan | Co<br>(mg/L) | Ceq<br>(mg/L) | q<br>(mol/g) | Ceq<br>(mol) | Ceq/q<br>(g) |
|----------------|--------------|---------------|--------------|--------------|--------------|
| (2:0)          | 4,2368       | 3,0789        | 2,5846 E-06  | 6,8725 E-07  | 0,2659       |
|                | 6,0789       | 3,8289        | 5,0223 E-06  | 8,5466 E-07  | 0,1701       |
|                | 8,1973       | 4,9204        | 7,3145 E-06  | 1,0983 E-06  | 0,1501       |
|                | 9,0571       | 5,8071        | 7,2544 E-06  | 1,2962 E-06  | 0,1786       |
|                | 10,3394      | 7,0820        | 7,2709 E-06  | 1,5808 E-06  | 0,2174       |
|                | 11,2583      | 7,9985        | 7,2763 E-06  | 1,7853 E-06  | 0,2453       |
|                | 12,1196      | 8,8499        | 7,2984 E-06  | 1,9754 E-06  | 0,2706       |
|                | 13,3720      | 10,1027       | 7,2975 E-06  | 2,2550 E-06  | 0,3090       |
|                | 14,1863      | 10,9152       | 7,3015 E-06  | 2,4364 E-06  | 0,3336       |
|                |              |               |              |              |              |
| (2:1)          | 4,2368       | 3,1578        | 2,4084 E-06  | 7,0486 E-07  | 0,2926       |
|                | 6,0789       | 3,9473        | 4,7580 E-06  | 8,8109 E-07  | 0,1851       |
|                | 8,1973       | 5,0153        | 7,1026 E-06  | 1,1194 E-06  | 0,1576       |
|                | 9,0571       | 5,9124        | 7,0194 E-06  | 1,3197 E-06  | 0,1880       |
|                | 10,3394      | 7,1994        | 7,0089 E-06  | 1,6070 E-06  | 0,2292       |
|                | 11,2583      | 8,0976        | 7,0551 E-06  | 1,8075 E-06  | 0,2561       |
|                | 12,1196      | 8,9703        | 7,0296 E-06  | 2,0023 E-06  | 0,2848       |
|                | 13,3720      | 10,2297       | 7,0140 E-06  | 2,2834 E-06  | 0,3255       |
|                | 14,1863      | 11,0725       | 6,9504 E-06  | 2,4715 E-06  | 0,3555       |
|                |              |               |              |              |              |
| (2:2)          | 4,2368       | 3,1052        | 2,5258 E-06  | 6,9312 E-07  | 0,2744       |
|                | 6,0789       | 3,8684        | 4,9341 E-06  | 8,6348 E-07  | 0,1750       |
|                | 8,1973       | 4,9482        | 7,2524 E-06  | 1,1045 E-06  | 0,1522       |
|                | 9,0571       | 5,8334        | 7,1957 E-06  | 1,3021 E-06  | 0,1809       |
|                | 10,3394      | 7,1161        | 7,1948 E-06  | 1,5884 E-06  | 0,2207       |
|                | 11,2583      | 8,0230        | 7,2216 E-06  | 1,7908 E-06  | 0,2479       |
|                | 12,1196      | 8,8862        | 7,2174 E-06  | 1,9835 E-06  | 0,2748       |
|                | 13,3720      | 10,1347       | 7,2261 E-06  | 2,2622 E-06  | 0,3130       |
|                | 14,1863      | 10,9468       | 7,2310 E-06  | 2,4434 E-06  | 0,3379       |
|                |              |               |              |              |              |
| (1:2)          | 4,2368       | 3,1973        | 2,3203 E-06  | 7,1368 E-07  | 0,3075       |
|                | 6,0789       | 3,9736        | 4,6993 E-06  | 8,8696 E-07  | 0,1887       |
|                | 8,1973       | 4,8123        | 7,5558 E-06  | 1,0741 E-06  | 0,1421       |
|                | 9,0571       | 5,9519        | 6,9312 E-06  | 1,3285 E-06  | 0,1916       |
|                | 10,3394      | 7,0840        | 7,2665 E-06  | 1,5812 E-06  | 0,2176       |
|                | 11,2583      | 7,9531        | 7,3776 E-06  | 1,7752 E-06  | 0,2406       |

|       |         |         |             |             |        |
|-------|---------|---------|-------------|-------------|--------|
|       | 12,1196 | 8,7636  | 7,4910 E-06 | 1,9561 E-06 | 0,2611 |
|       | 13,3720 | 10,0687 | 7,3734 E-06 | 2,2474 E-06 | 0,3048 |
|       | 14,1863 | 10,8036 | 7,5506 E-06 | 2,4115 E-06 | 0,3193 |
| (0:2) | 4,2368  | 3,1315  | 2,4671 E-06 | 6,9899 E-07 | 0,2833 |
|       | 6,0789  | 3,9210  | 4,8167 E-06 | 8,7522 E-07 | 0,1817 |
|       | 8,1973  | 5,0070  | 7,1212 E-06 | 1,1176 E-06 | 0,1569 |
|       | 9,0571  | 5,8992  | 7,0488 E-06 | 1,3167 E-06 | 0,1868 |
|       | 10,3394 | 7,1775  | 7,0578 E-06 | 1,6021 E-06 | 0,2269 |
|       | 11,2583 | 8,0910  | 7,0698 E-06 | 1,8060 E-06 | 0,2554 |
|       | 12,1196 | 8,9472  | 7,0812 E-06 | 1,9971 E-06 | 0,2820 |
|       | 13,3720 | 10,1938 | 7,0942 E-06 | 2,2754 E-06 | 0,3207 |
|       | 14,1863 | 11,0017 | 7,1084 E-06 | 2,4557 E-06 | 0,3454 |

Selanjutnya dibuat grafik hubungan antara  $C_{eq}$  (mol) vs  $C_{eq}/q$  (g) sehingga diperoleh persamaan regresi dari masing-masing adsorben.

| Silika-Kitosan | Persamaan regresi    | Kapasitas adsorpsi<br>(mol/g) |
|----------------|----------------------|-------------------------------|
| 2 : 0          | $Y = 13665X + 0,001$ | $7,3179 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 1          | $Y = 14491X - 0,004$ | $6,9008 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 2          | $Y = 13820X + 0,000$ | $7,2358 \times 10^{-5}$       |
| 1 : 2          | $Y = 12919X + 0,011$ | $7,7405 \times 10^{-5}$       |
| 0 : 2          | $Y = 14044X + 0,001$ | $7,1204 \times 10^{-5}$       |

Contoh perhitungan

- a. Konsentrasi terjerap dalam mol/g

$$q = 0,2894/112(\text{Ar Cd}) \text{ mmol/g}$$

$$q = 2,5839 \times 10^{-3}/1000 \text{ mol/g}$$

$$q = 2,5839 \times 10^{-6} \text{ mol/g}$$

- b. Konsentrasi sisa dalam mol

$$C_{eq} = 3,0789 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}$$

$$C_{eq} = 0,0769 \text{ mg / 112(Ar Cd)}$$

$$C_{eq} = 6,8660 \times 10^{-4} \text{ mmol / 1000}$$

$$C_{eq} = 6,8660 \times 10^{-7} \text{ mol}$$

c. Konsentrasi sisa/konsentrasi terjerap

$$\text{Ceq/q} = 6,8660 \times 10^{-7} \text{ mol / } 2,5839 \times 10^{-6} \text{ mol/g}$$

$$\text{Ceq/q} = 0,2657 \text{ g}$$

d. Kapasitas adsorpsi

Dari  $Y = 13665X + 0,001$  diketahui bahwa slope = 13665 dan intersep =

0,001, maka kapasiatas adsorpsi

$$\text{Slope} = 1/K$$

$$13665 = 1/K$$

$$K = 1/13665$$

$$K = 7,3179 \times 10^{-5} \text{ mol/g}$$

## 2. Perhitungan logam Ni(II)

| silika:kitosan | Co<br>(mg/L) | Abs   | Ceq<br>(mg/L) | q<br>(mg/L) | q<br>(mg/g) |
|----------------|--------------|-------|---------------|-------------|-------------|
| (2:0)          | 4,4230       | 0,107 | 4,1923        | 0,2307      | 0,0576      |
|                | 6,3076       | 0,151 | 5,8846        | 0,4230      | 0,1057      |
|                | 8,3076       | 0,197 | 7,6538        | 0,6538      | 0,1634      |
|                | 9,1503       | 0,209 | 8,0000        | 1,1503      | 0,2875      |
|                | 10,0769      | 0,229 | 8,7859        | 1,2910      | 0,3227      |
|                | 11,2370      | 0,131 | 10,0447       | 1,1923      | 0,2980      |
|                | 12,0597      | 0,141 | 10,8227       | 1,2370      | 0,3092      |
|                | 13,2115      | 0,156 | 11,9210       | 1,2905      | 0,3226      |
|                | 14,2910      | 0,170 | 13,0025       | 1,2885      | 0,3221      |
| (2:1)          | 4,4230       | 0,103 | 4,0384        | 0,3846      | 0,0961      |
|                | 6,3076       | 0,149 | 5,8076        | 0,5000      | 0,1250      |
|                | 8,3076       | 0,193 | 7,5000        | 0,8076      | 0,2019      |
|                | 9,1503       | 0,206 | 7,8846        | 1,2657      | 0,3164      |
|                | 10,0769      | 0,215 | 8,4615        | 1,6154      | 0,4038      |
|                | 11,2370      | 0,129 | 9,8460        | 1,3910      | 0,3477      |
|                | 12,0597      | 0,139 | 10,6152       | 1,4445      | 0,3611      |
|                | 13,2115      | 0,154 | 11,7692       | 1,4423      | 0,3605      |
|                | 14,2910      | 0,168 | 12,8460       | 1,4450      | 0,3612      |
| (2:2)          | 4,4230       | 0,101 | 3,9615        | 0,4615      | 0,1153      |
|                | 6,3076       | 0,143 | 5,5769        | 0,7307      | 0,1826      |

|       |         |       |         |        |        |
|-------|---------|-------|---------|--------|--------|
|       | 8,3076  | 0,187 | 7,2692  | 1,0384 | 0,2596 |
|       | 9,1503  | 0,198 | 7,5769  | 1,5734 | 0,3933 |
|       | 10,0769 | 0,215 | 8,3243  | 1,7526 | 0,4381 |
|       | 11,2370 | 0,125 | 9,5384  | 1,6986 | 0,4246 |
|       | 12,0597 | 0,136 | 10,3846 | 1,6751 | 0,4187 |
|       | 13,2115 | 0,150 | 11,4614 | 1,7501 | 0,4375 |
|       | 14,2910 | 0,164 | 12,5602 | 1,7308 | 0,4327 |
| (1:2) | 4,4230  | 0,087 | 3,4230  | 1,0000 | 0,2500 |
|       | 6,3076  | 0,138 | 5,3846  | 0,9230 | 0,2307 |
|       | 8,3076  | 0,169 | 6,5769  | 1,7307 | 0,4326 |
|       | 9,1503  | 0,193 | 7,3846  | 1,7657 | 0,4414 |
|       | 10,0769 | 0,204 | 7,9231  | 2,1538 | 0,5384 |
|       | 11,2370 | 0,122 | 9,3076  | 1,9294 | 0,4823 |
|       | 12,0597 | 0,133 | 10,1538 | 1,9059 | 0,4764 |
|       | 13,2115 | 0,147 | 11,2306 | 1,9809 | 0,4952 |
|       | 14,2910 | 0,161 | 12,3076 | 1,9834 | 0,4958 |
| (0:2) | 4,4230  | 0,102 | 4,0000  | 0,4230 | 0,1057 |
|       | 6,3076  | 0,146 | 5,6923  | 0,6153 | 0,1538 |
|       | 8,3076  | 0,188 | 7,3076  | 1,0000 | 0,2500 |
|       | 9,1503  | 0,202 | 7,7307  | 1,4196 | 0,3549 |
|       | 10,0769 | 0,217 | 8,4230  | 1,6539 | 0,4134 |
|       | 11,2370 | 0,127 | 9,6922  | 1,5448 | 0,3862 |
|       | 12,0597 | 0,137 | 10,4614 | 1,5983 | 0,3995 |
|       | 13,2115 | 0,152 | 11,6152 | 1,5963 | 0,3990 |
|       | 14,2910 | 0,166 | 12,6922 | 1,5988 | 0,3997 |

Ket : pada konsentrasi awal 11-14 ppm dilakukan pengenceran 2 kali.

Contoh perhitungan :

Keadaan yang diambil yaitu **silika : kitosan ( 2 : 0 ) pada konsentrasi**

**awal 4 ppm** dengan persamaan regresi  **$Y = 0,026X - 0,002$**  dimana  **$Y$  = absorbansi** dan  **$X$  = konsentrasi**

a. Konsentrasi sisa

$$Y = 0,026X - 0,002$$

$$0,107 = 0,026X - 0,002$$

$$0,026X = 0,107 + 0,002$$

$$X = 0,109/0,026$$

$$X = 4,1923 \text{ ppm}$$

b. Konsentrasi terjerap

$$C_{\text{awal}} - C_{\text{sisa}} = 4,4230 - 4,1923 = 0,2307 \text{ ppm}$$

c. Kapasitas adsorpsi (q)

$$q = (C_{\text{terjerap}} \times \text{volume dlm liter}) / \text{massa dlm gram}$$

$$q = (0,2307 \times 0,025) / 0,1$$

$$q = 0,0576 \text{ mg/g}$$

\*Perhitungan diatas diulangi untuk semua data absorbansi

Data optimasi konsentrasi dapat digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dari masing-masing adsorben dengan menggunakan persamaan Freundlich  $\log m = \log K_f + 1/n \log C_{eq}$

| silika:kitosan | $C_o$<br>(mg/L) | $C_{eq}$<br>(mg/L) | q<br>(mg/L) | $\log C_{eq}$ | $\log q$ |
|----------------|-----------------|--------------------|-------------|---------------|----------|
| (2:0)          | 4,4230          | 4,1923             | 0,2307      | 0,6224        | -0,6369  |
|                | 6,3076          | 5,8846             | 0,4230      | 0,7697        | -0,3736  |
|                | 8,3076          | 7,6538             | 0,6538      | 0,8838        | -0,1845  |
|                | 9,1503          | 8,0000             | 1,1503      | 0,9030        | 0,0608   |
|                | 10,0769         | 8,7859             | 1,2910      | 0,9437        | 0,1109   |
|                | 11,2370         | 10,0447            | 1,1923      | 1,0019        | 0,0763   |
|                | 12,0597         | 10,8227            | 1,2370      | 1,0343        | 0,0923   |
|                | 13,2115         | 11,9210            | 1,2905      | 1,0763        | 0,1107   |
|                | 14,2910         | 13,0025            | 1,2885      | 1,1140        | 0,1100   |
| (2:1)          | 4,4230          | 4,0384             | 0,3846      | 0,6062        | -0,4149  |
|                | 6,3076          | 5,8076             | 0,5000      | 0,7639        | -0,3010  |
|                | 8,3076          | 7,5000             | 0,8076      | 0,8750        | -0,0928  |
|                | 9,1503          | 7,8846             | 1,2657      | 0,8967        | 0,1023   |
|                | 10,0769         | 8,4615             | 1,6154      | 0,9274        | 0,2082   |
|                | 11,2370         | 9,8460             | 1,3910      | 0,9932        | 0,1433   |
|                | 12,0597         | 10,6152            | 1,4445      | 1,0259        | 0,1597   |
|                | 13,2115         | 11,7692            | 1,4423      | 1,0707        | 0,1590   |
|                | 14,2910         | 12,8460            | 1,4450      | 1,1087        | 0,1598   |
| (2:2)          | 4,4230          | 3,9615             | 0,4615      | 0,5978        | -0,3358  |
|                | 6,3076          | 5,5769             | 0,7307      | 0,7463        | -0,1362  |

|       |         |         |        |        |         |
|-------|---------|---------|--------|--------|---------|
|       | 8,3076  | 7,2692  | 1,0384 | 0,8614 | 0,0163  |
|       | 9,1503  | 7,5769  | 1,5734 | 0,8794 | 0,1968  |
|       | 10,0769 | 8,3243  | 1,7526 | 0,9203 | 0,2436  |
|       | 11,2370 | 9,5384  | 1,6986 | 0,9794 | 0,2300  |
|       | 12,0597 | 10,3846 | 1,6751 | 1,0163 | 0,2240  |
|       | 13,2115 | 11,4614 | 1,7501 | 1,0592 | 0,2430  |
|       | 14,2910 | 12,5602 | 1,7308 | 1,0989 | 0,2382  |
| (1:2) | 4,4230  | 3,4230  | 1,0000 | 0,5344 | 0       |
|       | 6,3076  | 5,3846  | 0,9230 | 0,7311 | -0,0348 |
|       | 8,3076  | 6,5769  | 1,7307 | 0,8180 | 0,2382  |
|       | 9,1503  | 7,3846  | 1,7657 | 0,8683 | 0,2469  |
|       | 10,0769 | 7,9231  | 2,1538 | 0,8988 | 0,3332  |
|       | 11,2370 | 9,3076  | 1,9294 | 0,9688 | 0,2854  |
|       | 12,0597 | 10,1538 | 1,9059 | 1,0066 | 0,2801  |
|       | 13,2115 | 11,2306 | 1,9809 | 1,0504 | 0,2968  |
|       | 14,2910 | 12,3076 | 1,9834 | 1,0901 | 0,2974  |
| (0:2) | 4,4230  | 4,0000  | 0,4230 | 0,6020 | -0,3736 |
|       | 6,3076  | 5,6923  | 0,6153 | 0,7552 | -0,2109 |
|       | 8,3076  | 7,3076  | 1,0000 | 0,8637 | 0       |
|       | 9,1503  | 7,7307  | 1,4196 | 0,8882 | 0,1521  |
|       | 10,0769 | 8,4230  | 1,6539 | 0,9254 | 0,2185  |
|       | 11,2370 | 9,6922  | 1,5448 | 0,9864 | 0,1888  |
|       | 12,0597 | 10,4614 | 1,5983 | 1,0195 | 0,2036  |
|       | 13,2115 | 11,6152 | 1,5963 | 1,0650 | 0,2031  |
|       | 14,2910 | 12,6922 | 1,5988 | 1,1035 | 0,2037  |

Selanjutnya dibuat grafik hubungan antara  $C_{eq}$  (mol) vs  $C_{eq}/q$  (g) sehingga diperoleh persamaan regresi dari masing-masing adsorben.

| Silika-Kitosan | Persamaan regresi    | Kapasitas adsorpsi<br>(mol/g) |
|----------------|----------------------|-------------------------------|
| 2 : 0          | $Y = 17063X + 0,007$ | $5,8606 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 1          | $Y = 18745X - 0,011$ | $5,3347 \times 10^{-5}$       |
| 2 : 2          | $Y = 13514X + 0,000$ | $7,3997 \times 10^{-5}$       |
| 1 : 2          | $Y = 13133X - 0,005$ | $7,6144 \times 10^{-5}$       |
| 0 : 2          | $Y = 15195X - 0,001$ | $6,5811 \times 10^{-5}$       |

Contoh perhitungan

a. Log  $C_{eq}$

$$\text{Log } C_{eq} = \log 4,1923$$

$$\text{Log C}_{\text{eq}} = 0,6224$$

b. Log q

$$\text{Log } q = \log 4,1923$$

$$\text{Log } q = -0,6369$$

c. Kapasitas adsorpsi

Dari  $Y = 17603X + 0,007$  diketahui bahwa slope = 17603 dan intersep =

0,007, maka kapasitas adsorpsi

$$\text{Slope} = 1/n$$

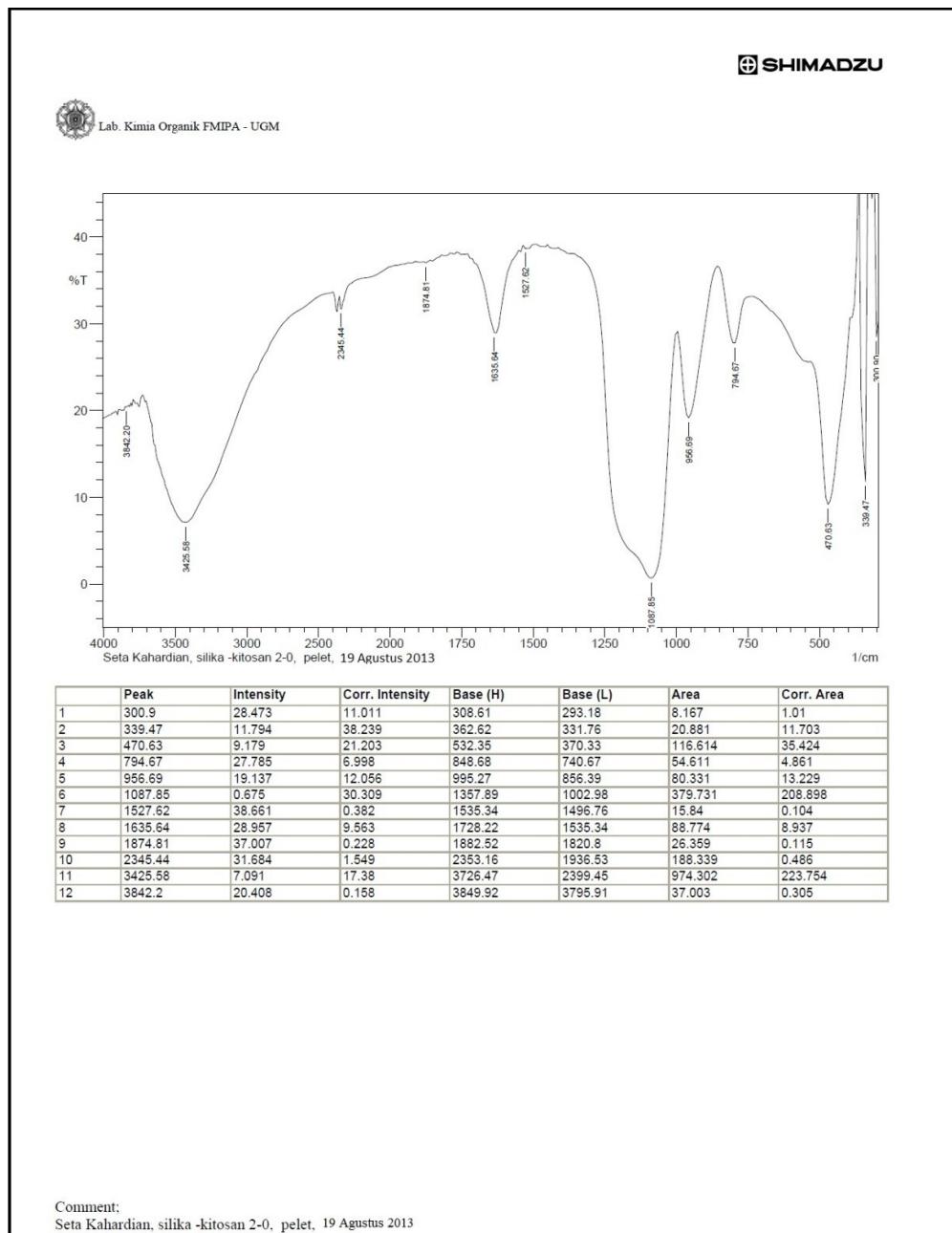
$$17603 = 1/n$$

$$n = 1/17603$$

$$n = 5,8606 \times 10^{-5} \text{ mol/g}$$

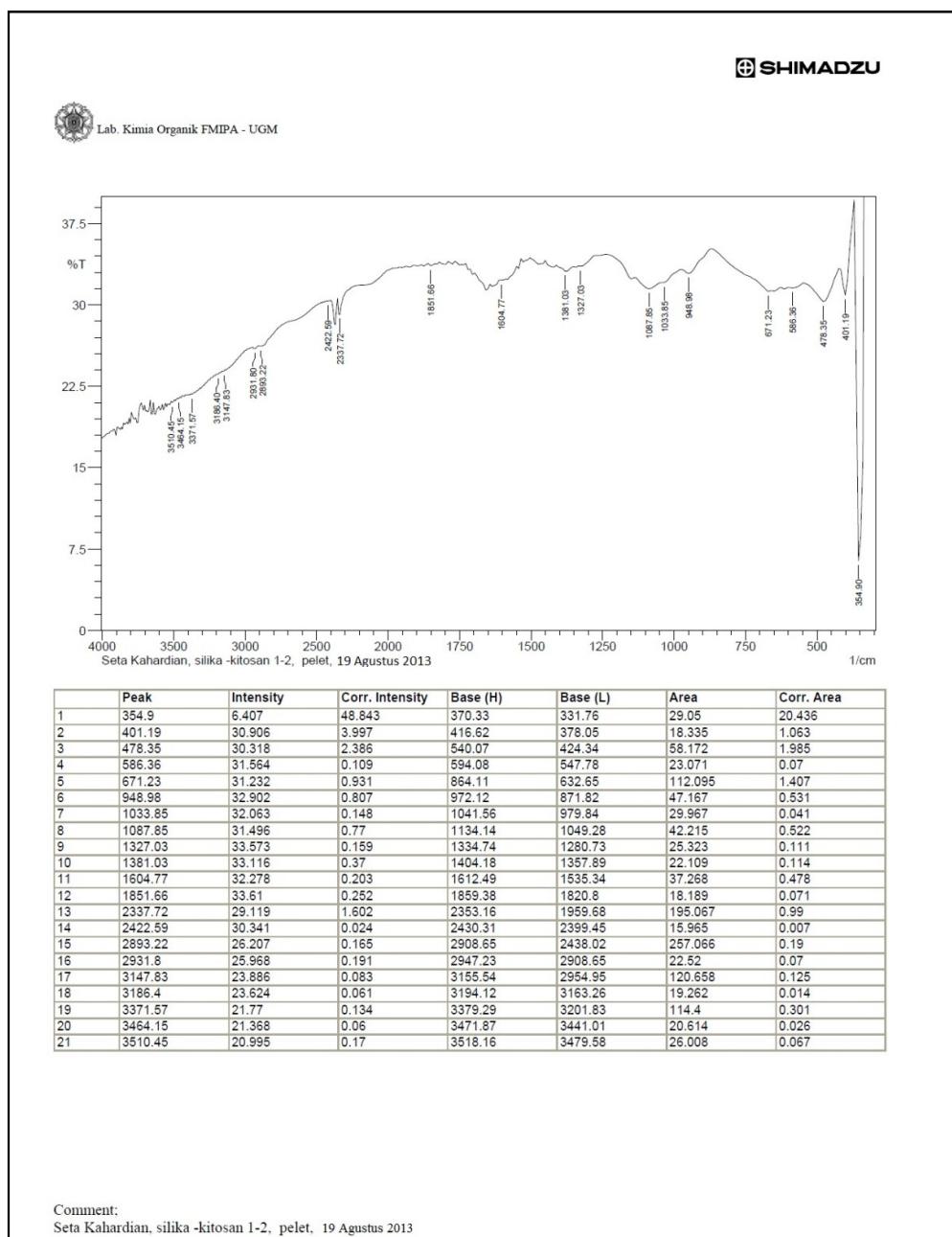
## Lampiran 14

## Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan Bead 2:0



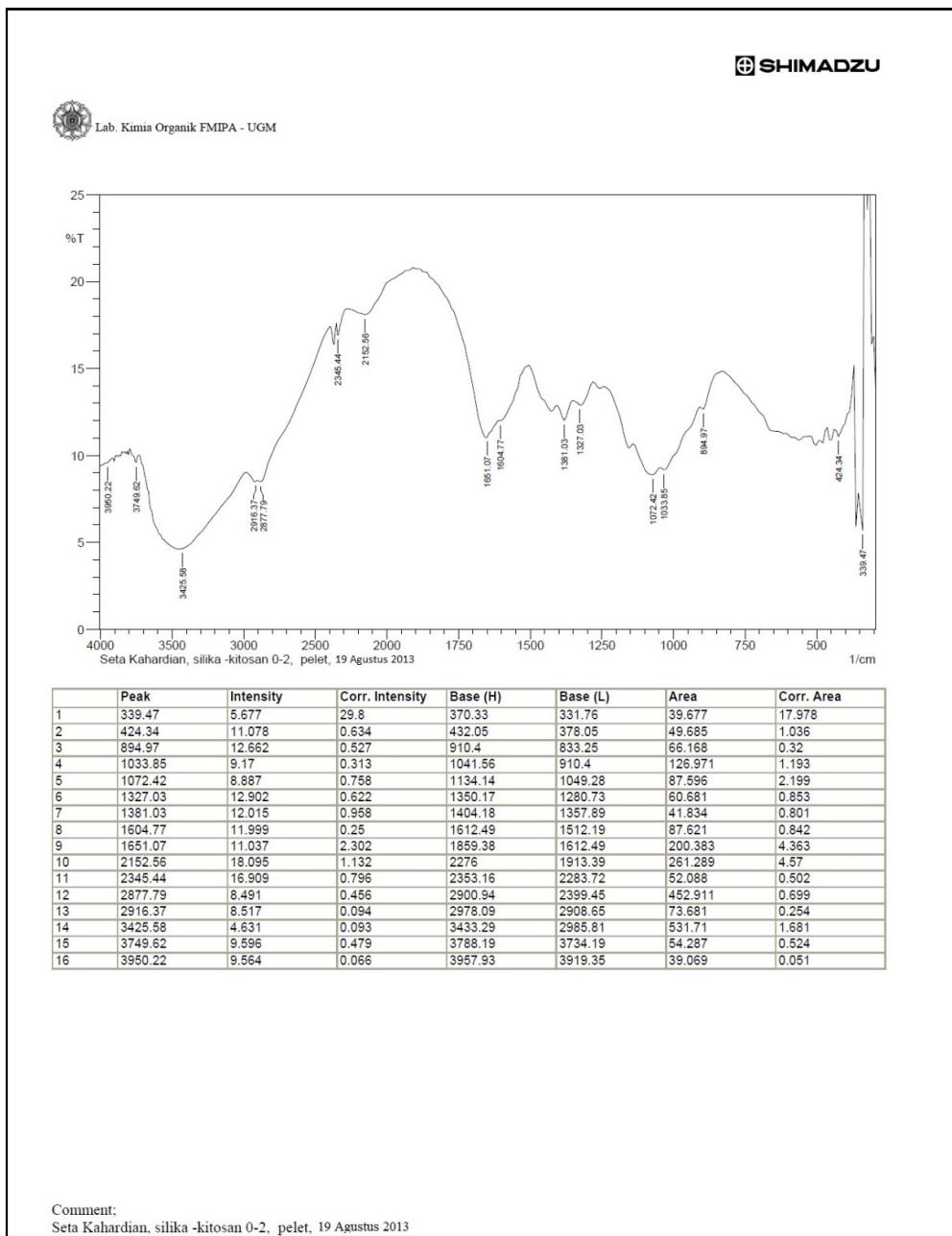
## Lampiran 15

## Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan Bead 1:2



## Lampiran 16

### Karakterisasi FT-IR Silika-Kitosan Bead 0:2



## Lampiran 17

## Karakterisasi XRD Silika-Kitosan Bead 2:0

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name : Seta K UNNES-3
File Name : Seta K UNNES-3.PKR
Sample Name : Silika Kitosan (2:0)
Comment : Silika Kitosan (2:0)

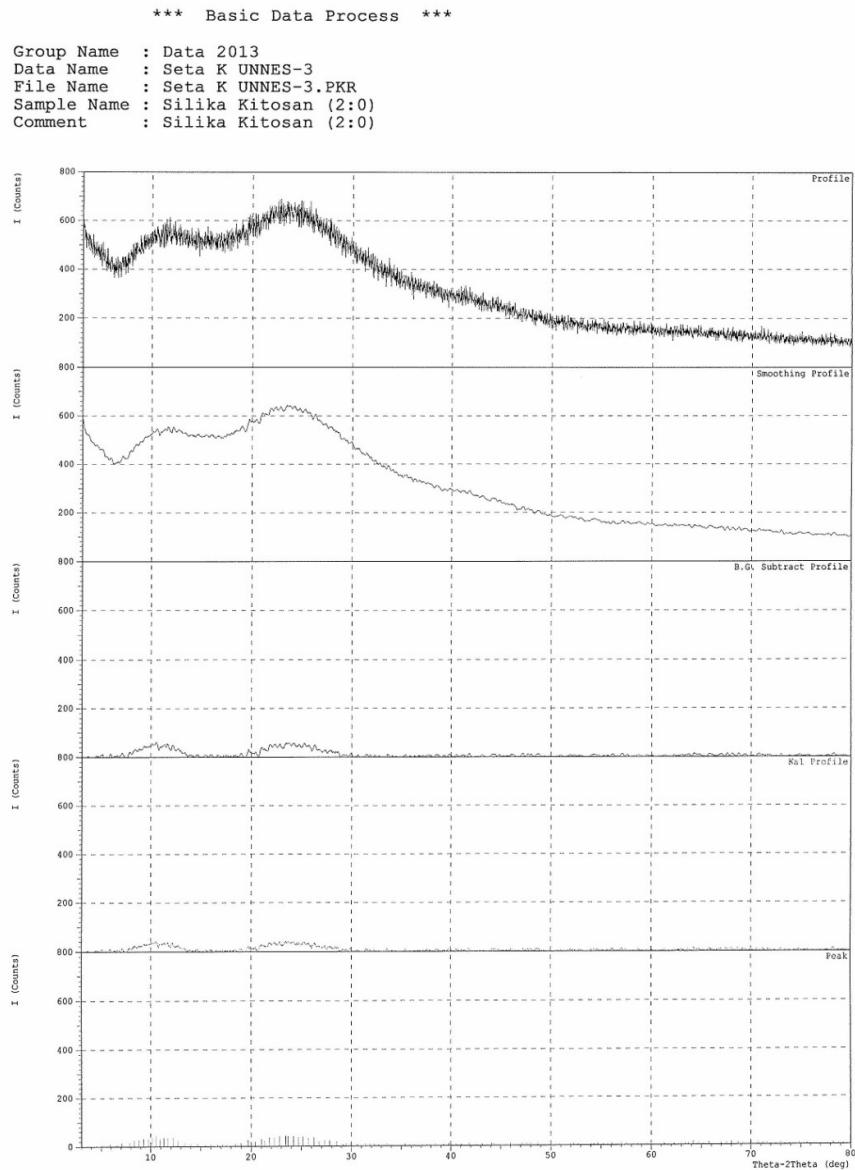
# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 14 10.5200 8.40247 100 0.46000 44 1416
2 38 23.4400 3.79217 95 0.00000 42 0
3 37 22.8400 3.89041 93 0.00000 41 0

# Peak Data List
peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 3.6850 23.95796 9 0.05000 4 18
2 4.5000 19.62057 11 0.12000 5 50
3 5.0825 17.37311 20 0.16500 9 102
4 5.5250 15.98264 5 0.03000 2 5
5 5.9183 14.92137 23 0.22330 10 141
6 6.6033 13.37494 18 0.03330 8 38
7 7.0900 12.45786 32 0.22000 14 191
8 7.8980 11.18509 36 0.36400 16 250
9 8.3600 10.56797 57 0.40000 25 707
10 8.8400 9.99519 59 0.00000 26 0
11 9.2800 9.52225 73 0.00000 32 0
12 9.7400 9.07354 68 0.00000 30 0
13 10.1200 8.73367 86 0.00000 38 0
14 10.5200 8.40247 100 0.46000 44 1416
15 10.9600 8.06611 66 0.00000 29 0
16 11.3200 7.81039 82 0.00000 36 0
17 11.7000 7.55756 82 0.48000 36 1039
18 12.2379 7.22656 82 0.43080 36 598
19 12.7200 6.95373 59 0.64000 26 766
20 13.4000 6.60234 34 0.14660 15 190
21 14.0250 6.30949 18 0.17000 8 149
22 14.7000 6.02125 23 0.08000 10 95
23 15.4500 5.73061 16 0.22000 7 112
24 15.9933 5.53714 20 0.10670 9 101
25 16.6808 5.31044 20 0.05170 9 72
26 17.1960 5.15248 16 0.03200 7 25
27 17.5800 5.04079 9 0.09340 4 73
28 17.9491 4.93796 11 0.07170 5 26
29 18.4375 4.80824 18 0.07500 8 60
30 18.9850 4.67079 30 0.17000 13 149
31 19.6935 4.50432 57 0.16710 25 382
32 20.3975 4.35042 41 0.18500 18 317
33 21.0400 4.21900 68 0.42400 30 723
34 21.3800 4.15267 55 0.00000 24 0
35 21.8200 4.06992 82 0.42000 36 1352
36 22.3200 3.97986 84 0.00000 37 0
37 22.8400 3.89041 93 0.00000 41 0
38 23.4400 3.79217 95 0.00000 42 0
39 23.6800 3.75428 93 0.00000 41 0
40 24.2400 3.66880 91 0.00000 40 0
41 24.7200 3.59863 86 0.00000 38 0
42 25.1600 3.53669 89 0.00000 39 0
43 25.6800 3.46624 80 0.61340 35 1321
44 26.2605 3.39092 82 0.43310 36 932
45 26.7600 3.32875 43 0.00000 19 0
46 27.3400 3.25943 55 0.36000 24 690
47 27.8250 3.20371 50 0.43000 22 525

```

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 48       | 28.5300      | 3.12613 | 43   | 0.38000    | 19                 | 370                     |
| 49       | 29.1600      | 3.06001 | 18   | 0.30000    | 8                  | 120                     |
| 50       | 29.4800      | 3.02751 | 20   | 0.08000    | 9                  | 44                      |
| 51       | 29.9100      | 2.98496 | 27   | 0.22000    | 12                 | 166                     |
| 52       | 30.5766      | 2.92139 | 18   | 0.07330    | 8                  | 51                      |
| 53       | 31.4135      | 2.84544 | 25   | 0.08300    | 11                 | 71                      |
| 54       | 31.8425      | 2.80808 | 18   | 0.12500    | 8                  | 80                      |
| 55       | 32.2975      | 2.76955 | 18   | 0.09500    | 8                  | 42                      |
| 56       | 32.7566      | 2.73177 | 11   | 0.03330    | 5                  | 13                      |
| 57       | 33.2400      | 2.69314 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 58       | 33.5840      | 2.66634 | 25   | 0.08800    | 11                 | 85                      |
| 59       | 34.0750      | 2.62903 | 14   | 0.07000    | 6                  | 24                      |
| 60       | 34.3800      | 2.60640 | 7    | 0.04000    | 3                  | 15                      |
| 61       | 34.8000      | 2.57590 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 62       | 35.4250      | 2.53188 | 20   | 0.11660    | 9                  | 77                      |
| 63       | 35.8600      | 2.50215 | 9    | 0.10000    | 4                  | 28                      |
| 64       | 36.3300      | 2.47085 | 11   | 0.04000    | 5                  | 22                      |
| 65       | 36.7250      | 2.44518 | 11   | 0.09000    | 5                  | 33                      |
| 66       | 37.1150      | 2.42038 | 14   | 0.13000    | 6                  | 67                      |
| 67       | 37.5800      | 2.39149 | 16   | 0.12000    | 7                  | 85                      |
| 68       | 37.9000      | 2.37203 | 11   | 0.04000    | 5                  | 40                      |
| 69       | 38.4550      | 2.33906 | 18   | 0.13000    | 8                  | 135                     |
| 70       | 39.2425      | 2.29392 | 14   | 0.09500    | 6                  | 55                      |
| 71       | 39.7933      | 2.26343 | 20   | 0.17330    | 9                  | 133                     |
| 72       | 40.5200      | 2.22450 | 18   | 0.20000    | 8                  | 105                     |
| 73       | 41.0516      | 2.19691 | 16   | 0.07670    | 7                  | 62                      |
| 74       | 41.3000      | 2.18427 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 75       | 41.8500      | 2.15682 | 25   | 0.14000    | 11                 | 138                     |
| 76       | 42.5583      | 2.12255 | 7    | 0.01670    | 3                  | 4                       |
| 77       | 43.1550      | 2.09458 | 16   | 0.17000    | 7                  | 91                      |
| 78       | 44.0950      | 2.05208 | 20   | 0.21000    | 9                  | 83                      |
| 79       | 44.3500      | 2.04087 | 20   | 0.30000    | 9                  | 146                     |
| 80       | 44.8000      | 2.02141 | 7    | 0.00000    | 3                  | 0                       |
| 81       | 45.6250      | 1.98676 | 9    | 0.09000    | 4                  | 31                      |
| 82       | 46.0020      | 1.97135 | 20   | 0.07600    | 9                  | 95                      |
| 83       | 46.6000      | 1.94744 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 84       | 47.1700      | 1.92522 | 23   | 0.26000    | 10                 | 138                     |
| 85       | 47.6700      | 1.90619 | 20   | 0.26000    | 9                  | 122                     |
| 86       | 48.0000      | 1.89385 | 23   | 0.16000    | 10                 | 83                      |
| 87       | 48.6900      | 1.86862 | 23   | 0.42000    | 10                 | 203                     |
| 88       | 49.3550      | 1.84498 | 7    | 0.03000    | 3                  | 7                       |
| 89       | 49.8150      | 1.82902 | 7    | 0.03000    | 3                  | 7                       |
| 90       | 50.5600      | 1.80380 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 91       | 50.9150      | 1.79206 | 14   | 0.17000    | 6                  | 79                      |
| 92       | 51.9650      | 1.75829 | 16   | 0.11000    | 7                  | 88                      |
| 93       | 52.3150      | 1.74735 | 16   | 0.15000    | 7                  | 74                      |
| 94       | 52.7516      | 1.73391 | 11   | 0.08330    | 5                  | 54                      |
| 95       | 54.0200      | 1.69615 | 14   | 0.20000    | 6                  | 49                      |
| 96       | 54.3200      | 1.68749 | 18   | 0.32000    | 8                  | 123                     |
| 97       | 54.6533      | 1.67798 | 18   | 0.13330    | 8                  | 70                      |
| 98       | 55.2300      | 1.66182 | 9    | 0.14000    | 4                  | 34                      |
| 99       | 55.6600      | 1.65000 | 9    | 0.14660    | 4                  | 41                      |
| 100      | 56.0933      | 1.63827 | 20   | 0.24000    | 9                  | 119                     |
| 101      | 56.6750      | 1.62283 | 5    | 0.07000    | 2                  | 8                       |
| 102      | 57.0500      | 1.61305 | 25   | 0.22000    | 11                 | 126                     |
| 103      | 57.5100      | 1.60124 | 18   | 0.22000    | 8                  | 86                      |
| 104      | 57.9200      | 1.59088 | 5    | 0.04000    | 2                  | 8                       |
| 105      | 58.2300      | 1.58314 | 5    | 0.06000    | 2                  | 12                      |
| 106      | 58.6800      | 1.57207 | 16   | 0.16000    | 7                  | 81                      |
| 107      | 59.0900      | 1.56214 | 5    | 0.10000    | 2                  | 13                      |
| 108      | 59.5700      | 1.55069 | 16   | 0.14000    | 7                  | 56                      |
| 109      | 59.9950      | 1.54072 | 14   | 0.13000    | 6                  | 51                      |

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 110      | 60.4400      | 1.53043 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 111      | 60.9000      | 1.51997 | 5    | 0.08000    | 2                  | 9                       |
| 112      | 61.3200      | 1.51056 | 14   | 0.18000    | 6                  | 66                      |
| 113      | 61.7350      | 1.50140 | 5    | 0.07000    | 2                  | 12                      |
| 114      | 62.2750      | 1.48967 | 18   | 0.17000    | 8                  | 63                      |
| 115      | 62.7000      | 1.48059 | 11   | 0.06000    | 5                  | 27                      |
| 116      | 63.0000      | 1.47426 | 16   | 0.20000    | 7                  | 101                     |
| 117      | 63.4300      | 1.46530 | 16   | 0.14000    | 7                  | 68                      |
| 118      | 63.7150      | 1.45943 | 20   | 0.23000    | 9                  | 105                     |
| 119      | 64.2033      | 1.44950 | 32   | 0.19330    | 14                 | 176                     |
| 120      | 64.7400      | 1.43878 | 20   | 0.16000    | 9                  | 128                     |
| 121      | 65.2200      | 1.42935 | 9    | 0.08000    | 4                  | 25                      |
| 122      | 65.7766      | 1.41859 | 25   | 0.24670    | 11                 | 177                     |
| 123      | 66.1400      | 1.41168 | 5    | 0.00000    | 2                  | 0                       |
| 124      | 66.9850      | 1.39591 | 20   | 0.21000    | 9                  | 178                     |
| 125      | 67.5350      | 1.38587 | 25   | 0.27000    | 11                 | 134                     |
| 126      | 68.0400      | 1.37681 | 27   | 0.20000    | 12                 | 151                     |
| 127      | 68.6900      | 1.36536 | 27   | 0.28000    | 12                 | 149                     |
| 128      | 69.1700      | 1.35705 | 18   | 0.14000    | 8                  | 135                     |
| 129      | 69.9550      | 1.34373 | 9    | 0.11000    | 4                  | 32                      |
| 130      | 70.1800      | 1.33997 | 7    | 0.08000    | 3                  | 24                      |
| 131      | 70.7300      | 1.33090 | 25   | 0.30000    | 11                 | 154                     |
| 132      | 71.2000      | 1.32326 | 20   | 0.12000    | 9                  | 74                      |
| 133      | 71.6266      | 1.31642 | 18   | 0.21330    | 8                  | 96                      |
| 134      | 71.9283      | 1.31164 | 14   | 0.11670    | 6                  | 40                      |
| 135      | 72.5000      | 1.30270 | 7    | 0.04000    | 3                  | 13                      |
| 136      | 73.0150      | 1.29478 | 23   | 0.17000    | 10                 | 79                      |
| 137      | 73.4300      | 1.28848 | 5    | 0.10000    | 2                  | 14                      |
| 138      | 73.9100      | 1.28130 | 9    | 0.10000    | 4                  | 28                      |
| 139      | 74.4050      | 1.27399 | 7    | 0.03000    | 3                  | 13                      |
| 140      | 74.8850      | 1.26701 | 18   | 0.23000    | 8                  | 119                     |
| 141      | 75.3333      | 1.26058 | 11   | 0.09330    | 5                  | 43                      |
| 142      | 75.6300      | 1.25637 | 11   | 0.10000    | 5                  | 67                      |
| 143      | 76.1000      | 1.24978 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 144      | 76.6400      | 1.24231 | 2    | 0.00000    | 1                  | 0                       |
| 145      | 76.9900      | 1.23754 | 5    | 0.06000    | 2                  | 22                      |
| 146      | 77.7000      | 1.22799 | 14   | 0.08000    | 6                  | 59                      |
| 147      | 78.2633      | 1.22056 | 30   | 0.23330    | 13                 | 158                     |
| 148      | 78.8100      | 1.21346 | 11   | 0.06000    | 5                  | 34                      |
| 149      | 79.2950      | 1.20725 | 14   | 0.15000    | 6                  | 65                      |



## Lampiran 18

## Karakterisasi XRD Silika-Kitosan Bead 0:2

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name : Seta K UNNES-1
File Name : Seta K UNNES-1.PKR
Sample Name : Silika Kitosan (0:2)
Comment : Silika Kitosan (0:2)

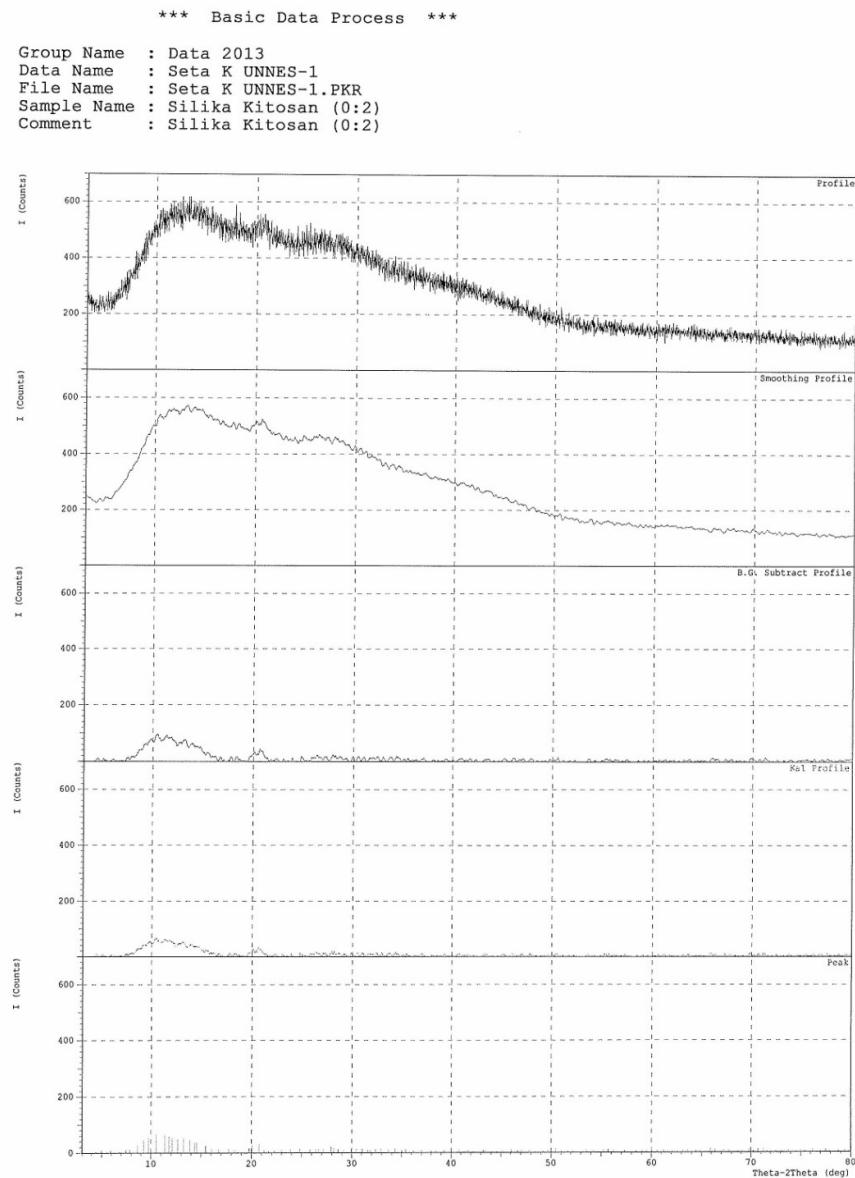
# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity Integrated Int
     no. (deg)        (Å)          (deg)      (Counts)   (Counts)
  1   10  10.5000  8.41843  100  0.00000      67       0
  2   11  11.3600  7.78298   96  0.00000      64       0
  3   12  11.8200  7.48110   90  0.00000      60       0

# Peak Data List
peak 2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity Integrated Int
no. (deg)        (Å)          (deg)      (Counts)   (Counts)
  1   4.4100  20.02079  12  0.22000      8      126
  2   4.9900  17.69495  12  0.14000      8      92
  3   5.9325  14.88568  10  0.04500      7      39
  4   6.8583  12.87821   6  0.02330      4      8
  5   7.4886  11.79563  15  0.16930     10      125
  6   7.8800  11.21059  18  0.38000     12      282
  7   8.6200  10.24979  45  0.54000     30      1475
  8   9.2600  9.54277   64  0.00000     43       0
  9   9.7200  9.09216   82  0.00000     55       0
 10  10.5000  8.41843  100  0.00000     67       0
 11  11.3600  7.78298   96  0.00000     64       0
 12  11.8200  7.48110   90  0.00000     60       0
 13  12.1200  7.29659   76  0.00000     51       0
 14  12.6800  6.97557   72  0.00000     48       0
 15  13.2600  6.67173   79  0.00000     53       0
 16  13.8800  6.37508   67  0.00000     45       0
 17  14.3600  6.16305   57  0.00000     38       0
 18  14.5400  6.08715   55  1.06660     37      1201
 19  15.4600  5.72692   36  0.46660     24      517
 20  16.0600  5.51429   22  0.56000     15      375
 21  16.7300  5.29493   18  0.18000     12      151
 22  17.7833  4.98362   21  0.11330     14      154
 23  18.3400  4.83358   18  0.24000     12      199
 24  18.7000  4.74133    4  0.00000      3       0
 25  19.0550  4.65379    3  0.03000      2       5
 26  19.7800  4.48482   24  0.40000     16      249
 27  20.0633  4.42213   40  0.39330     27      428
 28  20.7440  4.27853   49  0.48800     33      834
 29  21.2800  4.17196   16  0.12000     11      133
 30  21.7350  4.08564    9  0.11000      6      42
 31  22.2750  3.98780   12  0.25000      8      123
 32  22.9916  3.86510   13  0.07670      9      51
 33  23.4300  3.79377    3  0.12000      2      16
 34  23.8833  3.72278   16  0.07330     11      53
 35  24.7883  3.58887   21  0.14330     14      160
 36  25.8100  3.44908   18  0.14000     12      127
 37  26.4100  3.37206   24  0.42000     16      326
 38  26.7000  3.33609   18  0.32000     12      144
 39  27.1675  3.27974   19  0.33500     13      236
 40  27.9050  3.19471   30  0.15000     20      254
 41  28.2000  3.16196   22  0.08000     15      114
 42  28.6200  3.11650   19  0.28000     13      288
 43  29.1883  3.05710   15  0.16330     10      133
 44  29.9175  2.98423   19  0.24500     13      147
 45  30.4425  2.93395   22  0.24500     15      182
 46  31.0310  2.87964   19  0.20200     13      165
 47  31.6000  2.82907   15  0.25340     10      154

```

| peak no. | 2Theta (deg) | d (Å)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 48       | 31.8400      | 2.80829 | 15   | 0.00000    | 10                 | 0                       |
| 49       | 32.3825      | 2.76247 | 19   | 0.30500    | 13                 | 347                     |
| 50       | 32.9533      | 2.71591 | 22   | 0.10670    | 15                 | 120                     |
| 51       | 33.6700      | 2.65972 | 19   | 0.18000    | 13                 | 224                     |
| 52       | 34.3340      | 2.60979 | 24   | 0.14800    | 16                 | 276                     |
| 53       | 35.0200      | 2.56022 | 12   | 0.12000    | 8                  | 69                      |
| 54       | 35.4200      | 2.53222 | 15   | 0.20000    | 10                 | 138                     |
| 55       | 36.2000      | 2.47943 | 9    | 0.12000    | 6                  | 81                      |
| 56       | 37.0300      | 2.42574 | 16   | 0.15340    | 11                 | 163                     |
| 57       | 38.0000      | 2.36602 | 9    | 0.14000    | 6                  | 59                      |
| 58       | 38.4766      | 2.33780 | 7    | 0.04670    | 5                  | 24                      |
| 59       | 39.2750      | 2.29210 | 12   | 0.23000    | 8                  | 128                     |
| 60       | 40.0200      | 2.25113 | 7    | 0.04000    | 5                  | 34                      |
| 61       | 40.8333      | 2.20815 | 15   | 0.21330    | 10                 | 197                     |
| 62       | 41.3133      | 2.18359 | 9    | 0.13330    | 6                  | 48                      |
| 63       | 41.6916      | 2.16465 | 13   | 0.16330    | 9                  | 110                     |
| 64       | 42.2500      | 2.13732 | 9    | 0.06000    | 6                  | 58                      |
| 65       | 43.2500      | 2.09020 | 12   | 0.12000    | 8                  | 66                      |
| 66       | 43.4220      | 2.08231 | 12   | 0.11600    | 8                  | 106                     |
| 67       | 44.1100      | 2.05142 | 6    | 0.06000    | 4                  | 19                      |
| 68       | 44.5850      | 2.03066 | 4    | 0.03000    | 3                  | 7                       |
| 69       | 45.1633      | 2.00599 | 12   | 0.28670    | 8                  | 154                     |
| 70       | 46.0375      | 1.96991 | 16   | 0.20500    | 11                 | 164                     |
| 71       | 46.6860      | 1.94405 | 10   | 0.13200    | 7                  | 70                      |
| 72       | 47.0275      | 1.93073 | 15   | 0.22500    | 10                 | 128                     |
| 73       | 47.8250      | 1.90038 | 15   | 0.23000    | 10                 | 147                     |
| 74       | 48.4600      | 1.87695 | 6    | 0.12000    | 4                  | 31                      |
| 75       | 49.2100      | 1.85008 | 7    | 0.06000    | 5                  | 31                      |
| 76       | 49.7025      | 1.83290 | 12   | 0.15500    | 8                  | 72                      |
| 77       | 50.0983      | 1.81934 | 12   | 0.14330    | 8                  | 62                      |
| 78       | 50.4916      | 1.80609 | 18   | 0.24330    | 12                 | 144                     |
| 79       | 51.0500      | 1.78763 | 7    | 0.06000    | 5                  | 26                      |
| 80       | 51.6800      | 1.76731 | 7    | 0.08000    | 5                  | 36                      |
| 81       | 52.1750      | 1.75170 | 7    | 0.09000    | 5                  | 38                      |
| 82       | 53.5400      | 1.71022 | 13   | 0.16000    | 9                  | 97                      |
| 83       | 54.2200      | 1.69037 | 7    | 0.16000    | 5                  | 51                      |
| 84       | 54.8850      | 1.67145 | 7    | 0.09000    | 5                  | 35                      |
| 85       | 55.1933      | 1.66284 | 15   | 0.09330    | 10                 | 118                     |
| 86       | 55.6700      | 1.64972 | 15   | 0.14000    | 10                 | 91                      |
| 87       | 56.1950      | 1.63555 | 12   | 0.17000    | 8                  | 126                     |
| 88       | 56.9150      | 1.61656 | 4    | 0.05000    | 3                  | 20                      |
| 89       | 57.3200      | 1.60609 | 10   | 0.24000    | 7                  | 96                      |
| 90       | 58.4950      | 1.57660 | 7    | 0.09000    | 5                  | 33                      |
| 91       | 59.0550      | 1.56298 | 7    | 0.11000    | 5                  | 36                      |
| 92       | 59.5300      | 1.55164 | 7    | 0.06000    | 5                  | 29                      |
| 93       | 60.1000      | 1.53828 | 6    | 0.08000    | 4                  | 36                      |
| 94       | 60.5716      | 1.52742 | 12   | 0.07670    | 8                  | 53                      |
| 95       | 61.2400      | 1.51234 | 10   | 0.12000    | 7                  | 89                      |
| 96       | 61.6050      | 1.50426 | 7    | 0.07000    | 5                  | 42                      |
| 97       | 62.0550      | 1.49442 | 9    | 0.11000    | 6                  | 55                      |
| 98       | 62.5650      | 1.48346 | 4    | 0.05000    | 3                  | 13                      |
| 99       | 63.1300      | 1.47154 | 10   | 0.10000    | 7                  | 69                      |
| 100      | 63.6300      | 1.46118 | 13   | 0.14000    | 9                  | 113                     |
| 101      | 64.4400      | 1.44475 | 9    | 0.10000    | 6                  | 50                      |
| 102      | 64.8750      | 1.43611 | 9    | 0.15000    | 6                  | 65                      |
| 103      | 65.2000      | 1.42974 | 7    | 0.08000    | 5                  | 32                      |
| 104      | 65.8600      | 1.41700 | 19   | 0.24000    | 13                 | 175                     |
| 105      | 66.3683      | 1.40737 | 15   | 0.20330    | 10                 | 132                     |
| 106      | 67.2333      | 1.39135 | 15   | 0.18670    | 10                 | 94                      |
| 107      | 67.7466      | 1.38206 | 13   | 0.17330    | 9                  | 120                     |
| 108      | 68.3350      | 1.37158 | 7    | 0.07000    | 5                  | 34                      |
| 109      | 68.6850      | 1.36544 | 6    | 0.17000    | 4                  | 42                      |

| peak no. | 2Theta (deg) | d (A)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 110      | 69.1150      | 1.35800 | 7    | 0.05000    | 5                  | 34                      |
| 111      | 69.8266      | 1.34989 | 19   | 0.21330    | 13                 | 166                     |
| 112      | 70.2250      | 1.33922 | 9    | 0.19000    | 6                  | 57                      |
| 113      | 70.6933      | 1.33150 | 16   | 0.14670    | 11                 | 100                     |
| 114      | 71.2250      | 1.32286 | 21   | 0.23000    | 14                 | 166                     |
| 115      | 71.6600      | 1.31589 | 7    | 0.08000    | 5                  | 28                      |
| 116      | 72.0550      | 1.30965 | 4    | 0.05000    | 3                  | 11                      |
| 117      | 72.4950      | 1.30278 | 9    | 0.17000    | 6                  | 53                      |
| 118      | 73.0800      | 1.29379 | 7    | 0.04000    | 5                  | 25                      |
| 119      | 73.7850      | 1.28316 | 10   | 0.13000    | 7                  | 86                      |
| 120      | 74.5700      | 1.27158 | 7    | 0.10000    | 5                  | 64                      |
| 121      | 75.0333      | 1.26488 | 9    | 0.13330    | 6                  | 70                      |
| 122      | 75.4333      | 1.25916 | 10   | 0.24000    | 7                  | 128                     |
| 123      | 76.2150      | 1.24818 | 15   | 0.17000    | 10                 | 111                     |
| 124      | 76.9966      | 1.23745 | 10   | 0.19330    | 7                  | 117                     |
| 125      | 77.4966      | 1.23071 | 16   | 0.19330    | 11                 | 138                     |
| 126      | 77.9400      | 1.22481 | 4    | 0.04000    | 3                  | 27                      |
| 127      | 78.3300      | 1.21969 | 7    | 0.06000    | 5                  | 31                      |
| 128      | 78.7500      | 1.21423 | 10   | 0.14000    | 7                  | 75                      |
| 129      | 79.4100      | 1.20579 | 10   | 0.36000    | 7                  | 143                     |
| 130      | 79.8400      | 1.20037 | 12   | 0.28000    | 8                  | 122                     |



## Lampiran 19

## Karakterisasi XRD Silika-Kitosan Bead 1:2

```

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name  : Seta K UNNES-2
File Name   : Seta K UNNES-2.PKR
Sample Name  : Silika Kitosan (1:2)
Comment     : Silika Kitosan (1:2)

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta      d          I/I1      FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)        (Å)        (deg)      (deg)      (Counts)  (Counts)
  1    18  20.2714  4.37720   100  1.02290    80       4094
  2    9   10.5200  8.40247   79   0.00000    63        0
  3    8   9.9400  8.89142   69   0.00000    55        0

# Peak Data List
peak 2Theta      d          I/I1      FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)        (Å)        (deg)      (deg)      (Counts)  (Counts)
  1    3.6050  24.48944   3  0.03000    2       8
  2    4.3600  20.25027   10  0.32000    8       201
  3    5.2850  16.70789   8  0.19000    6       133
  4    6.5725  13.43755   13  0.21500   10       299
  5    7.8000  11.32539   10  0.00000    8        0
  6    8.1400  10.85309   18  0.00000   14        0
  7    8.9000  9.92794   54  0.58000   43      3083
  8    9.9400  8.89142   69  0.00000   55        0
  9   10.5200  8.40247   79  0.00000   63        0
 10   11.9600  7.39384   65  0.00000   52        0
 11   12.8200  6.89971   54  0.00000   43        0
 12   13.5000  6.55366   51  1.26000   41      2320
 13   14.6716  6.03285   46  0.87670   37      1601
 14   15.9933  5.53714   31  0.26670   25       457
 15   16.6300  5.32655   18  0.18000   14       197
 16   17.7266  4.99943   14  0.06670   11       79
 17   18.4440  4.80656   44  0.52800   35       950
 18   20.2714  4.37720   100  1.02290   80      4094
 19   21.3600  4.15651   29  0.50000   23      981
 20   22.2600  3.99045   15  0.00000   12        0
 21   22.8786  3.88394   24  0.54930   19      670
 22   23.5600  3.77313   15  0.24000   12      161
 23   25.1510  3.53793   33  0.36200   26      770
 24   26.3200  3.38339   30  0.28000   24       465
 25   27.2100  3.27471   38  0.94000   30      1367
 26   28.0000  3.18409   41  0.42660   33      571
 27   28.7000  3.10800   25  0.86660   20      931
 28   29.2800  3.04774   8  0.00000    6        0
 29   29.8857  2.98733   23  0.25140   18      514
 30   30.5475  2.92410   28  0.32500   22      409
 31   31.4950  2.83826   20  0.11000   16      163
 32   32.6450  2.74086   14  0.15000   11       91
 33   33.2940  2.66890   9  0.05200    7       49
 34   34.5866  2.59131   15  0.09330   12       74
 35   35.3457  2.53737   14  0.14860   11      252
 36   36.1875  2.48026   20  0.13500   16      186
 37   36.9366  2.43166   19  0.12670   15      180
 38   37.9850  2.36692   10  0.11000    8       55
 39   39.3416  2.28837   18  0.14330   14      187
 40   40.1400  2.24467   3  0.02000    2        2
 41   40.4200  2.22977   5  0.14000    4      235
 42   40.9800  2.20058   10  0.08000   8      193
 43   42.1666  2.14136   18  0.21330   14      234
 44   43.0250  2.10060   15  0.19000   12      132
 45   44.1400  2.05009   5  0.12000    4       90
 46   44.7658  2.02288   20  0.23830   16      241
 47   45.5900  1.98820   16  0.18000   13      342

```

| peak no. | 2Theta (deg) | d (A)   | I/I1 | FWHM (deg) | Intensity (Counts) | Integrated Int (Counts) |
|----------|--------------|---------|------|------------|--------------------|-------------------------|
| 48       | 46.4775      | 1.95228 | 11   | 0.07500    | 9                  | 54                      |
| 49       | 47.4750      | 1.91357 | 4    | 0.05000    | 3                  | 79                      |
| 50       | 48.3600      | 1.88059 | 5    | 0.08000    | 4                  | 110                     |
| 51       | 49.1150      | 1.85344 | 14   | 0.19000    | 11                 | 152                     |
| 52       | 50.1800      | 1.81657 | 16   | 0.16000    | 13                 | 175                     |
| 53       | 51.5333      | 1.77200 | 11   | 0.25330    | 9                  | 148                     |
| 54       | 52.1400      | 1.75280 | 9    | 0.12000    | 7                  | 58                      |
| 55       | 52.8900      | 1.72970 | 11   | 0.06000    | 9                  | 65                      |
| 56       | 53.9133      | 1.69926 | 14   | 0.14670    | 11                 | 171                     |
| 57       | 55.4100      | 1.65685 | 10   | 0.10000    | 8                  | 61                      |
| 58       | 56.1166      | 1.63765 | 11   | 0.16670    | 9                  | 174                     |
| 59       | 57.1225      | 1.61118 | 13   | 0.15500    | 10                 | 130                     |
| 60       | 58.1500      | 1.58513 | 13   | 0.22000    | 10                 | 164                     |
| 61       | 59.3950      | 1.55484 | 3    | 0.03000    | 2                  | 4                       |
| 62       | 60.6000      | 1.52677 | 6    | 0.02000    | 5                  | 8                       |
| 63       | 61.5000      | 1.50657 | 16   | 0.20000    | 13                 | 202                     |
| 64       | 62.3400      | 1.48828 | 13   | 0.20000    | 10                 | 209                     |
| 65       | 62.5600      | 1.48357 | 4    | 0.04000    | 3                  | 23                      |
| 66       | 63.1200      | 1.47175 | 6    | 0.04000    | 5                  | 61                      |
| 67       | 63.5200      | 1.46344 | 3    | 0.02000    | 2                  | 21                      |
| 68       | 63.7500      | 1.45871 | 13   | 0.18000    | 10                 | 111                     |
| 69       | 64.5700      | 1.44216 | 10   | 0.10000    | 8                  | 66                      |
| 70       | 65.1050      | 1.43159 | 13   | 0.17000    | 10                 | 89                      |
| 71       | 65.7600      | 1.41891 | 8    | 0.16000    | 6                  | 124                     |
| 72       | 66.5900      | 1.40322 | 8    | 0.14000    | 6                  | 78                      |
| 73       | 67.9600      | 1.37823 | 6    | 0.12000    | 5                  | 61                      |
| 74       | 68.6450      | 1.36614 | 9    | 0.17000    | 7                  | 72                      |
| 75       | 69.3000      | 1.35482 | 8    | 0.12000    | 6                  | 54                      |
| 76       | 70.0500      | 1.34214 | 10   | 0.22000    | 8                  | 139                     |
| 77       | 70.8300      | 1.32926 | 11   | 0.18000    | 9                  | 100                     |
| 78       | 71.7700      | 1.31415 | 9    | 0.10000    | 7                  | 54                      |
| 79       | 72.8800      | 1.29684 | 14   | 0.20000    | 11                 | 214                     |
| 80       | 75.0566      | 1.26454 | 8    | 0.11330    | 6                  | 78                      |
| 81       | 76.9716      | 1.23779 | 9    | 0.23670    | 7                  | 144                     |
| 82       | 77.8516      | 1.22598 | 9    | 0.11670    | 7                  | 110                     |
| 83       | 78.8000      | 1.21359 | 10   | 0.28000    | 8                  | 147                     |
| 84       | 79.4250      | 1.20560 | 9    | 0.17000    | 7                  | 115                     |

\*\*\* Basic Data Process \*\*\*  
Group Name : Data 2013  
Data Name : Seta K UNNES-2  
File Name : Seta K UNNES-2.PKR  
Sample Name : Silika Kitosan (1:2)  
Comment : Silika Kitosan (1:2)

