



**IMOBILISASI ASAM HUMAT OLEH KITOSAN SEBAGAI
ADSORBEN ION LOGAM Fe(II)**

TUGAS AKHIR II

disusun dalam rangka menyelesaikan studi Strata 1
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

oleh

Eka Muliaty

4350406030

PERPUSTAKAAN
UNNES

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2010

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II yang berjudul **"Imobilisasi Asam Humat Oleh Kitosan sebagai Adsorben Ion Logam Fe(II)"** telah disetujui oleh Pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang pada tanggal 23 September 2010 .

Semarang, September 2010

Pembimbing I

Pembimbing II

Triastuti S, S.Si, M.Si

NIP. 197704112005012014

F. Widhi M, S.Si, M.Si

NIP. 196912171997022001



HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis dalam Tugas Akhir II ini benar-benar karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Tugas Akhir II ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, September 2010

Eka Muliaty
NIM 4350406030



HALAMAN PENGESAHAN

Tugas Akhir II yang berjudul

Imobilisasi Asam Humat Oleh Kitosan sebagai Adsorben Ion Logam Fe(II).

disusun oleh

Nama : Eka Muliaty

NIM : 4350406030

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 23 September 2010.

Panitia :

Ketua

Sekretaris

Dr. Kasmadi Imam S, M.S
NIP. 195111151979031001

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si
NIP. 196504291991031001

Ketua Penguji

Drs. Warlan Sugiyo, M.Si
NIP. 194703071973041001

Anggota penguji/
Pembimbing Utama

Anggota Penguji/
Pembimbing Pendamping

F. Widhi M, S.Si, M.Si
NIP. 196912171997022014

Triastuti S, S.Si, M.Si
NIP. 197704112005012001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto.

- ❖ *Jadikan sabar dan shalat sebagai penolongmu (Q. S. Al-Baqarah:45)*
- ❖ *Don't be afraid your life will end , be afraid that it will never begin (Grace Hansen)*
- ❖ *The real success full person are ordinary people with extraordinary determinate,*
- ❖ *Amalan yang paling dicintai Allah adalah amalan yang dilakukan secara kontinyu walaupun sedikit (HR. Muslim)*

Karya kecil ini ku persembahkan untuk:

- ♥ Segala penguasa semesta Allah SWT atas segala karunia terindah yang Kau berikan untukku....
- ♥ Bapak dan mamah atas doa-doa yang terlantun disetiap langkah, peluh, tangis, perjuangan, trimakasih untuk segala kasih sayang dan kepercayaan yang kalian berikan...
- ♥ Adikku eki dan segenap keluarga besarku untuk segala perhatian dan cintanya.
- ♥ Triple-c crew, yang selalu ceriakan setiap hariku.
- ♥ Teman-temanku Q-miche '06, terima kasih atas dukungan, kebersamaan, dan semangat yang kalian berikan.
- ♥ Kawan-kawan ex-diamond n griya semut kos,trimakasih atas kebersamaannya.
- ♥ Almamaterku tercinta.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas rahmat dan hidayahNYA, salawat dan salam semoga selalu tercurah kepada Rasulullah SAW. Alhamdulillah penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II yang berjudul **”Imobilisasi Asam Humat Oleh Kitosan Sebagai Adsorben Ion Logam Fe(II)”**.

Tugas Akhir II ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Dalam kesempatan ini, perkenankanlah penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Tugas Akhir II ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada :

1. Bapak Dr. Kasmadi Imam Supardi, M.S, sebagai Dekan Fakultas MIPA UNNES.
2. Bapak Drs. Sigit Priatmoko, M.Si, sebagai Ketua jurusan kimia FMIPA UNNES,
3. Ibu Triastuti Sulistyarningsih, S.Si, M.Si, selaku dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan saran kepada penulis selama penyusunan Tugas Akhir.
4. Ibu F. Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si, selaku dosen Pembimbing II yang telah memberikan ilmu, petunjuk, arahan dan saran kepada penulis sehingga Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
5. Bapak Drs. Warlan Sugiyo, M.Si, selaku dosen Penguji yang telah memberikan arahan, kritikan, dan masukan sehingga Tugas Akhir II ini menjadi lebih baik.

6. Bapak Agung Tri Prasetya S.Si, M.Si, selaku Ketua Laboratorium Kimia FMIPA UNNES yang telah memberikan ijin penelitian.
7. Bapak Ibu dosen jurusan Kimia FMIPA UNNES yang telah memberikan bekal ilmu kepada penulis.
8. Ibu Martin, Pak Wiji, Mas Huda, Mbak Yuan dan seluruh laboran Jurusan Kimia.
9. Teman-teman dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu yang telah memberikan bantuan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

Demikian penyusunan Tugas Akhir II ini, semoga bermanfaat bagi semua pihak dan pembaca pada umumnya.

Semarang, September 2010

Penulis



ABSTRAK

Eka Muliaty 2010. “ **Imobilisasi Asam Humat Oleh Kitosan Sebagai Adsorben Ion Logam Fe(II)**”. Tugas Akhir II. Jurusan Kimia FMIPA UNNES. Dosen Pembimbing I: Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si, Dosen Pembimbing II: F.Widhi Mahatmanti, S.Si, M.Si.

Kata Kunci : imobilisasi, asam humat, kitosan, adsorpsi.

Asam humat merupakan unsur organik utama yang banyak terdapat pada tanah gambut, mengandung gugus-gugus fungsional utama seperti karboksilat, -OH fenolat, dan -OH alkoholat. Kitosan adalah produk terdeasetilasi dari kitin yang merupakan biopolimer yang banyak terdapat pada serangga, krustasea, dan fungi, mempunyai gugus amino bebas (-NH₂) dan hidroksil (-OH). Semua gugus ini memiliki kemampuan untuk berinteraksi dengan ion logam dalam larutan. Kitosan dapat digunakan sebagai padatan pendukung dalam mengimobilisasi asam humat sehingga dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi terhadap logam. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui kemampuan asam humat, kitosan, humat-kitosan terhadap penyerapan ion Fe(II), serta mengetahui kapasitas adsorpsi maksimum dan energi adsorpsi masing-masing adsorben. Asam humat diisolasi dari tanah gambut Rawapening-Jawa Tengah menggunakan ekstraksi alkali, hasil isolasi dikarakterisasi gugus fungsionalnya menggunakan spektroskopi inframerah dan ditentukan kadar abunya. Kitosan diperoleh melalui serangkaian proses deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi kitin dari cangkang udang. Karakterisasi gugus fungsional kitosan menggunakan spektroskopi inframerah, ditentukan kadar abu, kadar N dan derajat deasetilasi. Imobilisasi asam humat oleh kitosan dilakukan dengan mereaksikan 2 g asam humat dalam 125 mL NaOH 0,5 M dan 20 g kitosan dalam 125 mL HCl 0,5 M, hasilnya dikarakterisasi gugus fungsionalnya menggunakan spektroskopi inframerah dan ditentukan kadar N nya. Adsorpsi ion logam Fe(II) dilakukan dengan variasi waktu kontak dan konsentrasi untuk mengetahui kondisi optimum menggunakan metode spektroskopi serapan atom (SSA). Hasil karakterisasi asam humat didapat kadar abu sebesar 30,47%. Karakterisasi kitosan didapat kadar abu sebesar 1,14%, kadar N sebesar 8,21% dan derajat deasetilasi 85,36%. Kadar N hasil imobilisasi asam humat-kitosan sebesar 7,17%. Hasil penelitian menunjukkan waktu kontak dan konsentrasasi optimum adsorpsi Fe(II) pada asam humat yaitu pada waktu kontak 120 menit dan konsentrasi 80 ppm, pada kitosan yaitu 90 menit dan 80 ppm, pada humat-kitosan yaitu 120 menit dan 80 ppm. Kapasitas adsorpsi maksimum Fe(II) pada adsorben asam humat, kitosan dan humat-kitosan berturut-turut adalah 144,25 mg/g, 45,71 mg/g, 53,90 mg/g. Energi adsorpsi untuk adsorben asam humat, kitosan dan humat-kitosan berturut-turut adalah 10,67 kJ/mol, 13,24 kJ/mol, 25,23 kJ/mol.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR GRAFIK	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Logam di Lingkungan	6
2.2. Tanah Gambut	7
2.3. Senyawa Humat	9
2.4. Asam Humat	10

2.5. Kitin dan Kitosan	13
2.6. Imobilisasi Asam Hmat oleh Kitosan	17
2.7. Ion Logam Besi (II).....	21
2.8. Adsorpsi	20
2.9. Isoterm Adsirpsi	24
2.9.1. Isoterm Adsorpsi Langmuir	21
2.9.2. Isoterm Adsorpsi Freundlich.....	23
2.10. Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	24
2.11. Spektrofotometer Fourier Transform Red (FTIR)	27

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Populasi dan Sampel	29
3.2. Variabel Penelitian	29
3.3 Peosedur Penelitian	30
3.3.1. Alat dan bahan.....	30
3.3.2. Cara Kerja	31
3.3.2.1. Isolasi Asam Humat dari Tanah GAmbut.....	31
3.3.2.2. Penetaoan Kadar Abu Asam Humat.....	32
3.3.2.3. Isolasi Kitosan dari Cangkang Udang.....	32
3.3.2.4. Penetapan Kadar Abu Kitosan.....	33
3.3.2.5. Perhitungan Derajat Deasetilasi	33
3.3.2.6. Penentuan Kadar N Kitosan.....	34
3.3.2.7. Imobilisasi asam humat pada kitosan.....	35
3.3.2.8. Penentuan Kadar N Asam Humat-Kitosan	35

3.3.2.9. Pembuatan Larutan Induk Fe(II) 1000 ppm.....	36
3.3.2.10 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II).....	36
3.3.2.11. Penentuan Waktu kontak optimum Asam humat.....	36
3.3.2.12. Penentuan Konsentrasi optimum Asam humat.....	37
3.3.2.13. Penentuan Waktu kontak optimum Kitosan.....	37
3.3.2.14 Penentuan Konsentrasi optimum Kitosan.....	38
3.3.2.15 Penentuan Waktu kontak optimum Humat-Kitosan.....	38
3.3.2.16 Penentuan Konsentrasi optimum Humat-Kitosan.....	39

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Isolasi dan Pembuata Adsorben.....	40
4.1.1. Isolasi dan karakterisasi asam humat.....	40
4.1.2. Isolasi dan karakterisasi kitosan.....	43
4.1.3. Imobilisasi asam humat oleh kitosan dan karakteristiknya.....	48
4.2. Aplikasi adsorben untuk Adsorpsi logam Fe(II).....	51
4.2.1. Penentuan waktu optimum asam humat.....	52
4.2.2. Penentuan waktu optimum kitosan.....	53
4.2.3. Penentuan waktu optimum humat-kitosan.....	55
4.2.4. Penentuan konsentrasi optimum asam humat.....	56
4.2.5. Penentuan konsentrasi optimum kitosan.....	57
4.2.6. Penentuan konsentrasi optimum humat-kitosan.....	58
4.3. Kapasitas dan Energi Adsorpsi Fe(II).....	60

BAB V PENUTUP

5.1. Simpulan.....	62
--------------------	----

5.2. Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA.....	64
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....	68



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Komposisi gugus fungsional aam humat dan asam fulvat.....	12
2.2. Kualitas standar kitosan	17
4.1. Karakteristik kitosan	46
4.2. Harga kapasitas adsorpsi (b), konstanta kesetimbangan (K) dan energi adsorpsi (E) menggunakan persamaan isoterm Langmuir	60

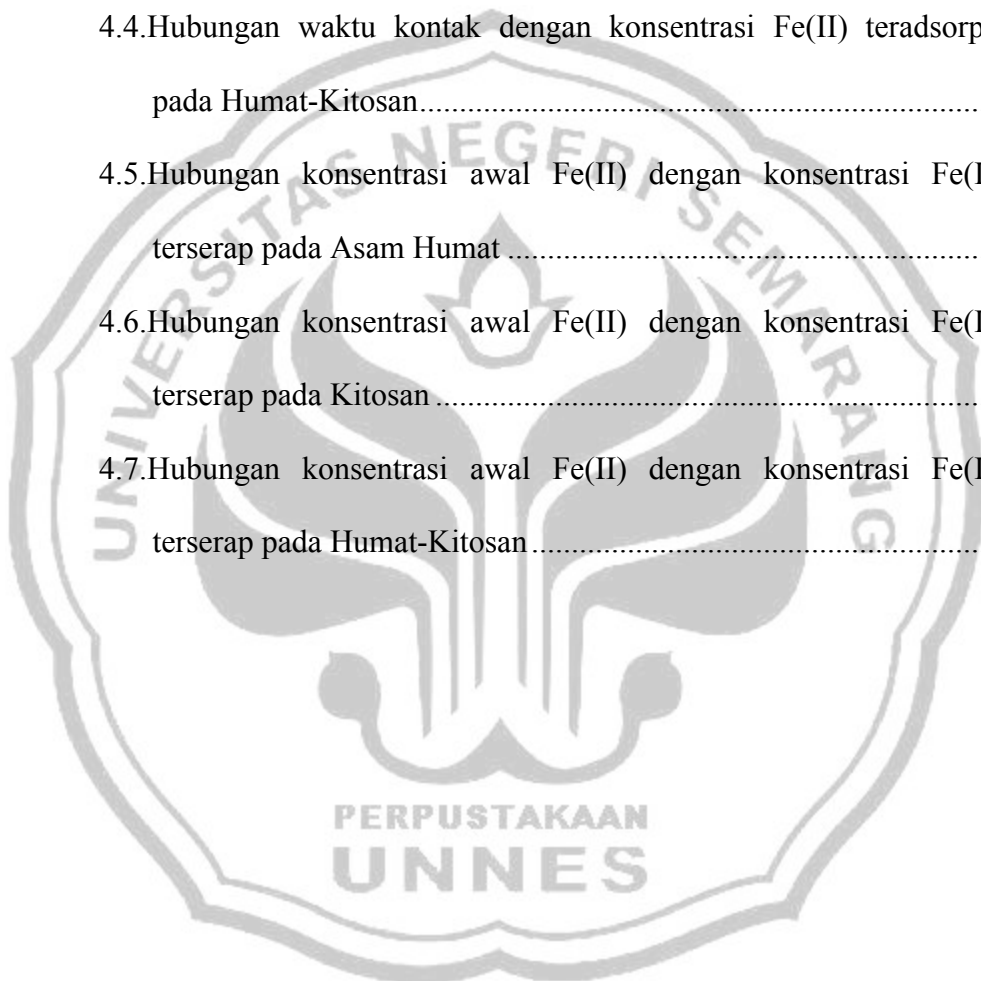


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur Hipotetik Asam Humat menurut Fuchs.....	11
2.2. Struktur Asam Humat menurut Stevenson.....	11
2.3. Reaksi ion logam dengan Asam Humat.....	12
2.4. Struktur Glukosamin terangkai 1,4 β pembentuk rantai kitin.....	14
2.5. Reaksi penghilangan gugus asetil pada kitin menjadi kitosan.....	15
2.6. Struktur Glukosamin terangkai 1,4 β pembentuk rantai kitosan.....	15
2.7. Reaksi Crosslinking Asam Humat dan Kitosan.....	18
2.8. Skema alat Spektrofotometer Serapan Atom.....	24
2.9. Skema alat FTIR.....	27
4.1. Spektra inframerah Asam Humat hasil isolasi.....	41
4.2. Spektra Asam Humat menurut Goh dan Stevenson.....	41
4.3. Spektra Inframerah Cangkang Udang.....	44
4.4. Spektra Inframerah Kitin.....	44
4.5. Reaksi penghilangan gugus asetil pada kitin menjadi kitosan.....	46
4.6. Spektra Inframerah Kitosan.....	47
4.7. Spektra Humat-Kitosan.....	50

DAFTAR GRAFIK

	Halaman
Grafikr 4.1. Kurva Kalibrasi Standar Fe^{2+}	52
4.2.Hubungan waktu kontak dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ teradsorpsi pada Asam Humat	52
4.3.Hubungan waktu kontak dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ teradsorpsi pada Kitosan.....	54
4.4.Hubungan waktu kontak dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ teradsorpsi pada Humat-Kitosan.....	55
4.5.Hubungan konsentrasi awal $\text{Fe}(\text{II})$ dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ terserap pada Asam Humat	57
4.6.Hubungan konsentrasi awal $\text{Fe}(\text{II})$ dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ terserap pada Kitosan	58
4.7.Hubungan konsentrasi awal $\text{Fe}(\text{II})$ dengan konsentrasi $\text{Fe}(\text{II})$ terserap pada Humat-Kitosan.....	59



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Hasil Penelitian	68
2. Diagram Cara Kerja	78
3. Spektra FTIR Asam Humat.....	86
4. Spektra FTIR Kitin.....	87
5. Spektra FTIR Kitosan	88
6. Spektra FTIR Humat-Kitosan	89
7. Pengujian Kadar N Kitin dan Kitosan.....	90
8. Pengujian Kadar N Humat-Kitosan	91
9. Foto Penelitian	92



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah cair industri yang tidak diolah terlebih dahulu sebelum dibuang akan menyebabkan pencemaran lingkungan, salah satu limbah tersebut dapat berupa ion logam berat. Ion logam berat adalah ion logam yang memiliki berat jenis lebih dari 5 g/cm^3 , bersifat toksis (racun) dan dapat terakumulasi dalam tubuh makhluk hidup (Mulyono 2001: 198). Ion logam berat dapat mengakibatkan keracunan apabila terakumulasi dalam tubuh makhluk hidup serta dapat menyebabkan kematian apabila kadar dalam tubuh melebihi ambang batas. Ion Fe^{2+} merupakan ion logam berat yang cukup berbahaya. Oleh karena itu penghilangan atau penurunan konsentrasi ion-ion logam berat harus dilakukan. Penurunan konsentrasi tersebut dapat dilakukan dengan memberikan adsorben asam humat.

Zat-zat humat (asam humat) merupakan unsur organik utama yang banyak terdapat di tanah dan gambut. Tanah gambut mengandung bahan-bahan anorganik dan bahan organik. Menurut Aiken (1985) dalam Sehol (2004), secara kimia bahan-bahan organik dalam tanah diklasifikasikan menjadi 3 fraksi yaitu :(1) Humin, tidak larut dalam larutan asam maupun basa, (2) Asam humat, larut dalam larutan basa tetapi tidak larut dalam larutan asam ($\text{pH} < 2$), (3) Asam fulvat, larut dalam larutan asam maupun larutan basa.

Selain mengandung gugus-gugus fungsional utama seperti karboksilat, -OH fenolat, dan -OH alkoholat, asam humat juga mengandung gugus lain dalam

jumlah minor seperti karbonil, fosfat, sulfat, amida, dan sulfida. Semua gugus ini memiliki kemampuan untuk berinteraksi dengan ion logam dalam larutan. Atas dasar adanya gugus-gugus fungsional dan kemampuan interaksinya dengan ion-ion logam, maka asam humat dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam-logam terlarut dalam medium air.

Selain asam humat, dapat juga digunakan kitosan untuk menurunkan konsentrasi ion-ion logam berat. Kitosan adalah produk terdeasetilasi dari kitin yang merupakan biopolimer alami kedua terbanyak di alam setelah selulosa, yang banyak terdapat pada serangga, krustasea, dan fungi. Kitosan dapat berfungsi sebagai adsorben terhadap logam dalam air limbah karena kitosan mempunyai gugus amino bebas ($-NH_2$) dan hidroksil yang berfungsi sebagai situs *chelation* (situs ikatan koordinasi) dengan ion logam guna membentuk kelat (Yuliusman, 2009).

Senyawa humat dan kitosan merupakan dua jenis senyawa yang sering digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi polutan logam di perairan. Setyowati (2007) telah melakukan adsorpsi ion Aluminium oleh asam humat dengan hasil adsorpsi sebesar 73,9% pada pH optimum (pH 6). Penelitian lainnya, Alimin (2005) dan Christiani (2008) juga menggunakan asam humat sebagai adsorben ion Zn(II) dan Cd(II). Kitosan juga sering digunakan sebagai adsorben, Yuliusman (2007) memanfaatkan kitosan sebagai adsorben ion Ni(II), begitu juga dengan Sehol (2008) menggunakan kitosan sebagai adsorben selektif logam Cu(II), Cd(II), Ni(II) dan Zn(II) pada medium air laut. Asam humat dan kitosan memiliki gugus fungsional yang mampu berikatan dengan logam, keduanya

memiliki gugus-gugus fungsional pada permukaannya dengan daya adsorpsi yang tinggi terhadap polutan-polutan logam di perairan. Hal ini disebabkan oleh adanya gugus-gugus fungsional utama seperti $-OH$, $-COOH$, $-CO$ pada senyawa humat serta $-OH$ dan $-NH_2$ pada kitosan.

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian untuk memaksimalkan pemanfaatan asam humat sebagai adsorben melalui modifikasi dengan cara mengimobilisasikan asam humat pada suatu media padatan pendukung. Imobilisasi dimaksudkan selain untuk menurunkan kelarutan asam humat pada pH tinggi juga bertujuan untuk menyangga molekul asam humat yang semula tidak beraturan menjadi linier sehingga situs aktif adsorben lebih terbuka. Berbagai senyawa yang telah teruji dapat digunakan sebagai padatan pendukung dalam proses imobilisasi diantaranya kitin, silika gel, dan kitosan. Rahmanto (2006) menggunakan kitin sebagai padatan pendukung dalam proses imobilisasi asam humat dan aplikasinya sebagai adsorben $Cu(II)$, penelitian lainnya dilakukan oleh Santosa (2006) dengan memanfaatkan silika gel sebagai padatan pendukung dalam proses imobilisasi asam humat dan aplikasinya sebagai adsorben $Cu(II)$.

Alasan pemilihan kitosan sebagai padatan pendukung dalam proses imobilisasi ini diantaranya: (1) sifat kitosan tidak larut dalam air dan larutan basa kuat, (2) adanya gugus $-NH_2$ yang dapat membentuk ikatan dengan $-COOH$ dari asam humat sehingga dapat menjadi penyangga asam humat, yang menyebabkan terbukanya situs aktif yang dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi, (3) kelimpahannya yang besar di lingkungan serta (4) tidak bersifat toksik (Khoerunnisa, 2005).

Disisi lain dengan adanya keterikatan gugus -NH_2 dari kitosan dan -COOH dari asam humat mungkin juga dapat menyebabkan penurunan kemampuan adsorpsi logam karena gugus utama pada kitosan dan asam humat telah berikatan.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka perlu dilakukan penelitian mengenai kemampuan asam humat yang diimobilisasi oleh kitosan dalam menyerap ion logam Fe (II).

1.2 Perumusan Masalah

Asam humat dan kitosan merupakan ligan organik yang mudah diperoleh di alam dan dapat berinteraksi dengan ion logam termasuk Fe(II) untuk membentuk kompleks kelat yang larut dalam air.

Berdasarkan hal-hal yang telah diungkapkan tersebut, dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana kemampuan adsorpsi optimum asam humat terhadap penyerapan ion Fe (II)?
2. Bagaimana kemampuan adsorpsi optimum kitosan terhadap penyerapan ion Fe (II)?
3. Bagaimana kemampuan adsorpsi optimum asam humat yang diimobilisasi oleh kitosan terhadap penyerapan ion Fe(II)?
4. Bagaimana karakteristik hasil imobilisasi asam humat oleh kitosan?
5. Berapakah kapasitas adsorpsi maksimum dan energi adsorpsi masing-masing adsorben?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang hendak dicapai pada penelitian ini adalah:

1. Mengetahui kemampuan adsorpsi optimum asam humat terhadap penyerapan ion Fe(II).
2. Mengetahui kemampuan adsorpsi optimum kitosan terhadap penyerapan ion Fe(II).
3. Mengetahui kemampuan adsorpsi optimum asam humat diimobilisasi oleh kitosan terhadap penyerapan ion Fe(II).
4. Mengetahui karakteristik hasil imobilisasi asam humat oleh kitosan.
5. Mengetahui kapasitas adsorpsi maksimum dan energi adsorpsi masing-masing adsorben.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang:

1. Kapasitas maksimum asam humat yang diimobilisasi oleh kitosan sebagai adsorben kation logam.
2. Mekanisme adsorpsi ion Fe(II) pada asam humat yang diimobilisasi oleh kitosan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam di Lingkungan

Unsur logam ditemukan secara luas di seluruh permukaan bumi, mulai dari tanah dan batuan, badan air, bahkan pada lapisan atmosfer yang menyelimuti bumi. Umumnya logam-logam di alam ditemukan dalam bentuk persenyawaan dengan unsur lain, dan sangat jarang yang ditemukan dalam bentuk elemen tunggal (Palar 1994: 25).

Dalam badan perairan, logam pada umumnya berada dalam bentuk ion-ion, baik sebagai pasangan ion ataupun dalam bentuk ion-ion tunggal. Kegiatan manusia merupakan sumber utama pemasukan logam ke dalam lingkungan perairan. Menurut Wittmann (1979), sumber utama pemasukan logam adalah: (1) kegiatan pertambangan, (2) cairan limbah rumah tangga, (3) limbah dan buangan industri dan, (4) aliran air dari lahan pertanian.

Menurut Leckie dan James (1994), kelarutan dari unsur-unsur logam dan logam berat dalam badan perairan dikontrol oleh:

1. pH badan air
2. Jenis dan konsentrasi logam kelat
3. Keadaan komponen mineral teroksidasi dan sistem yang berlingkungan redoks.

Interaksi antara ion-ion logam dengan spesi kimia berbeda dalam badan perairan dapat berbentuk: (1) reaksi hidrolisis, (2) pengompleksan ion-ion logam, (3) sistem redoks.

Semua kation logam dalam air berada dalam keadaan ion logam terhidrat $[M(H_2O)_x]^{n+}$ dan spesies hidroksidanya $[MOH(H_2O)_{x-1}]^{+(n-1)}$ dimana kation-kation logam tersebut membentuk kompleks aquo. Reaksi koordinasi yang melibatkan kation logam pada larutan air adalah reaksi pertukaran ligan air yang terkoordinasi dengan ligan yang ada baik anion anorganik maupun molekul organik. Fenomena ini disebut pengompleksan atau pengkelatan jika ligannya dapat mengikat logam pada lebih dari satu tempat (Stumm dan Morgan, 1981).

Kompleksasi dapat menyebabkan perubahan tingkat oksidasi dari logam dan menghasilkan logam yang larut dalam air, sedangkan pembentukan senyawa kompleks tak larut akan menurunkan ion logam pada larutan.

2.2 Tanah Gambut

Secara umum definisi tanah gambut adalah: "Tanah yang jenuh air dan tersusun dari bahan tanah organik, yaitu sisa-sisa tanaman dan jaringan tanaman yang melapuk dengan ketebalan lebih dari 50 cm. Dalam sistem klasifikasi baru (Taksonomi tanah), tanah gambut disebut sebagai Histosols (histos = jaringan) (Noor, 2007).

Sifat fisik tanah gambut selalu tergenang air, dekomposisi bahan organik lambat, konsistensi lepas, kepadatan masa rendah, bersifat seperti spon (menyerap dan menahan air dalam jumlah besar), drainase pada gambut akan diikuti oleh

penyusutan masa, terjadi penurunan muka tanah, tanaman tumbuh miring, mudah tumbang, dan mudah terbakar.

Karakteristik kimia lahan gambut di Indonesia sangat ditentukan oleh kandungan mineral, ketebalan, jenis mineral pada substratum (di dasar gambut), dan tingkat dekomposisi gambut. Lahan gambut umumnya mempunyai tingkat kemasaman yang relatif tinggi dengan kisaran pH 3 - 5.

Gambut oligotropik, seperti banyak ditemukan di Kalimantan, mempunyai kandungan kation basa seperti Ca, Mg, K, dan Na sangat rendah terutama pada gambut tebal. Semakin tebal gambut basa-basa yang dikandungnya semakin rendah dan reaksi tanah menjadi semakin masam (Driessen, 1976 dalam Agus, 2008). Disisi lain kapasitas tukar kation (KTK) gambut tergolong tinggi, sehingga kejenuhan basa (KB) menjadi sangat rendah. Tim Institut Pertanian Bogor (1974) melaporkan bahwa tanah gambut pedalaman di Kalampangan, Kalimantan Tengah mempunyai nilai KB kurang dari 10%, demikian juga gambut di pantai Timur Riau (Suhardjo, 1976 dalam Agus, 2008).

Muatan negatif (yang menentukan KTK) pada tanah gambut seluruhnya adalah muatan tergantung pH (*pH dependent charge*), dimana KTK akan naik bila pH gambut ditingkatkan. Muatan negatif yang terbentuk adalah hasil dissosiasi hidroksil pada gugus karboksilat atau fenol.

Komposisi senyawa tanah gambut terdiri atas bahan terhumifikasi dan tak terhumifikasi. Yang termasuk bahan-bahan tak terhumifikasi adalah senyawa-senyawa dalam tanaman seperti karbohidrat, asam amino, protein, lipid, asam nukleat, dan lignin. Sedangkan fraksi terhumifikasi yang dikenal sebagai humus

atau disebut sebagai senyawa humat, dianggap sebagai hasil akhir dekomposisi bahan tanaman dalam tanah (Tan, 1998).

2.3 Senyawa Humat

Senyawa humat didefinisikan Aiken (1985) sebagai katagori umum dari bahan organik tanah heterogen yang terjadi secara alami. Secara umum, senyawa humat dikarakterisasikan berwarna kuning hingga hitam dengan berat molekul besar. Struktur kimianya tidak dapat digambarkan sebagai satu bentuk tunggal karena merupakan campuran yang kompleks dari polielektrolit fenol dan karbohidrat yang bervariasi dari satu molekul ke molekul yang lain.

Senyawa humat menempati 70-80% dari bahan organik dalam hampir semua tanah mineral (Schnitzer, 1986). Salah satu karakteristik yang paling khusus dari senyawa humat adalah kemampuannya untuk berinteraksi dengan ion logam, oksida, hidrokarbon, mineral dan senyawa organik, termasuk pencemar beracun, dalam membentuk asosiasi, baik yang larut dalam air, maupun yang tidak larut dalam air dari berbagai stabilitas kimia dan biologi yang berbeda.

Secara tradisional senyawa humat didefinisikan berdasarkan kelarutannya yaitu: (1) asam fulvat adalah bahan humat yang larut dalam air dalam semua pH, (2) asam humat adalah fraksi senyawa humat yang tidak larut pada pH asam ($\text{pH} < 2$) tetapi larut pada pH yang lebih tinggi, (3) humin merupakan fraksi senyawa humat yang tidak larut dalam air pada semua nilai pH (Gaffney, 1996 dalam Rahmawati, 2004).

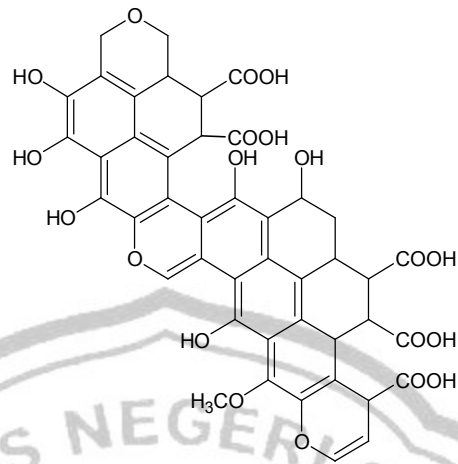
Senyawa humat terdapat dalam tanah gambut, laut, sungai, danau, sedimen, maupun dalam batu bara dan endapan geologi lainnya. Senyawa humat

sebagai hasil peruraian bahan organik tanaman memegang peranan penting dalam mempengaruhi sifat-sifat tanah dan spesies kimia dalam tanah serta perairan. Senyawa humat sangat penting sebagai pemicu pertumbuhan tanaman, berperan dalam pembentukan tanah (Stevenson, 1994). Senyawa humat terlibat dalam reaksi kompleks dan dapat mempengaruhi pertumbuhan tanaman secara langsung dan tidak langsung. Secara tidak langsung, senyawa humat dapat memperbaiki kesuburan tanah dengan mengubah kondisi fisik, kimia dan biologi dalam tanah. Secara langsung, senyawa humat dapat merangsang pertumbuhan tanaman dengan cara mempengaruhi metabolisme dan proses fisiologi lainnya (Tan 1998: 56).

2.4 Asam Humat

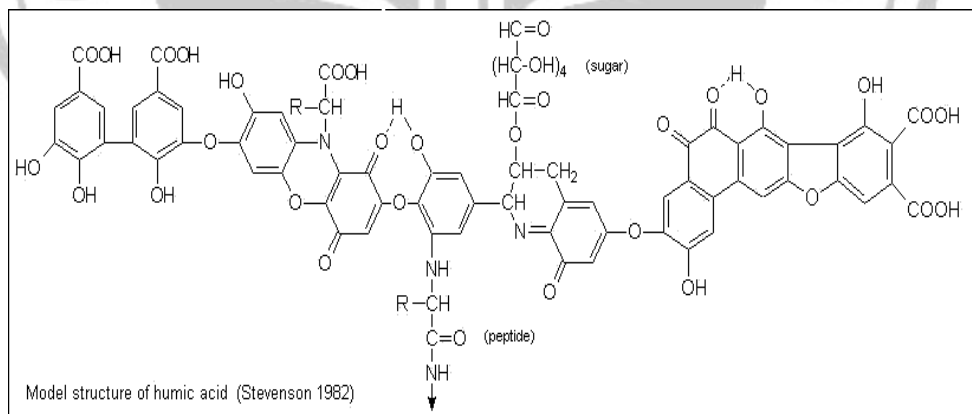
Asam humat adalah zat organik yang terdapat di dalam tanah dan gambut. Asam humat merupakan bahan makromolekul polielektrolit yang memiliki gugus fungsional seperti $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ fenolat maupun $-\text{OH}$ alkoholat, sehingga asam humat memiliki peluang untuk berikatan dengan ion logam karena gugus ini dapat mengalami deprotonasi pada pH yang relatif tinggi (Setyowati, 2007).

Sejumlah struktur telah diajukan oleh beberapa peneliti, tetapi struktur-struktur tersebut masih merupakan struktur hipotetik. Fuchs, seorang ilmuwan Jerman telah mengusulkan struktur asam humat. Struktur tersebut terdiri atas sistem cincin aromatik yang mengandung gugus $-\text{COOH}$ dan $-\text{OH}$ yang dideduksi dari berbagai hasil penelitian tentang struktur asam humat yang dihasilkan dari batubara seperti yang tampak pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur Hipotetik Asam Humat Menurut Fuchs
Sumber: (Stevenson, 1994)

Stevenson mengusulkan struktur asam humat yang memiliki gugus karboksilat pada cincin aromatik, dan kuinon yang dijembatani oleh nitrogen dan oksigen seperti yang tampak pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Struktur Asam Humat Menurut Stevenson
Sumber: (<http://karnet.up.wroc.pl/~weber/humic.htm>, diakses pada tanggal 10 Maret 2010.)

Dengan demikian, pada prinsipnya asam humat merupakan makromolekul yang terdiri atas cincin aromatik dan rantai alifatik yang mengikat gugus -COOH,

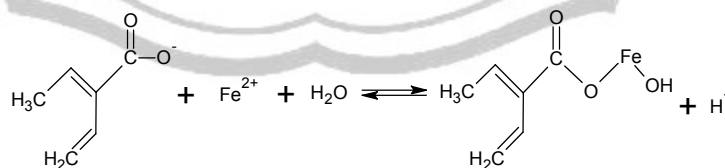
-OH fenolat, -OH alkoholat, dan kuinon, sehingga asam humat memiliki peluang untuk berikatan dengan ion logam karena gugus ini dapat mengalami deprotonasi pada pH yang relatif tinggi. Komposisi gugus fungsional asam humat dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Table 2.1. Komposisi gugus fungsional asam humat dan asam fulvat

Gugus Fungsional	Asam Humat (cmol/Kg)	Asam Fulvat (cmol/Kg)
Keasaman Total	670	1130
-COOH	360	820
-OH Fenolat	310	310
-OH Alkoholat	260	500
-C=O (kuinon dan keton)	290	270
-OCH ₃	60	80

(Schanitzer, 1986)

Deprotonasi gugus-gugus fungsional asam humat akan menurunkan kemampuan pembentukan ikatan hidrogen, baik antar molekul maupun sesama molekul dan meningkatkan jumlah muatan negatif gugus fungsional asam humat, sehingga akan meningkatkan gaya tolak menolak antar gugus dalam molekul asam humat. Pengaruh tersebut akan menyebabkan permukaan partikel-partikel koloid asam humat bermuatan negatif dan menjadi lebih terbuka dengan meningkatnya pH.



Gambar 2.3. Reaksi ion logam dengan asam humat
Sumber: (Schnitzer. 1986)

Gambar 2.3. menunjukkan bahwa reaksi ion logam oleh asam humat dapat membentuk senyawa kompleks monodentat yang disebabkan adanya satu gugus

-COOH bereaksi dengan satu ion logam. Adanya H^+ pada mekanisme reaksi tersebut membuktikan bahwa proses adsorpsi Fe(II) dipengaruhi oleh pH. Bila pH dinaikkan atau dalam kondisi basa, maka reaksi akan menuju kearah produk. Sebaliknya apabila pH diturunkan atau dalam kondisi asam, maka reaksi akan menuju arah reaktan.

Salah satu faktor yang mempengaruhi kelarutan asam humat adalah pH, yang lebih lanjut akan mempengaruhi disosiasi gugus yang bersifat asam pada asam humat. Sehingga pada proses penyerapan logam berat ini dipengaruhi oleh pH larutan yang merupakan salah satu faktor fisiko kimia lingkungan. Spark (1997) dalam Setyowati (2007) juga telah mengamati kelarutan asam humat yang menunjukkan bahwa kelarutan maksimum asam humat terjadi pada pH 3–6, dan sisa padatan mulai larut pada pH 8,5 yang dapat dinyatakan bahwa pada pH yang relatif tinggi (konsentrasi H^+ rendah) akan meningkatkan konsentrasi $-COO^-$ yang dapat berfungsi sebagai ligan pada asam humat. Pembentukan kompleks dan pengkelatan secara alami juga memegang peranan penting dalam meningkatkan kesuburan tanah. Pengkelatan dapat meningkatkan mobilitas banyak kation dan akibatnya juga ketersediaannya untuk tanaman.

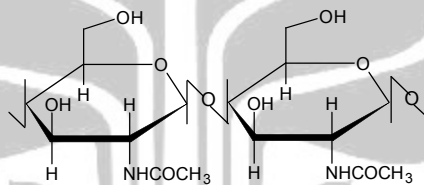
Dalam penelitian ini peneliti menggunakan bahan asam humat hasil isolasi tanah gambut yang diperoleh dari Rawa Pening-Jawa Tengah.

2.5 Kitin dan Kitosan

Kitin adalah polimer kedua terbanyak di alam setelah selulosa. Kitin merupakan komponen tubuh serangga, udang, kepiting, cumi-cumi, dan artropoda lainnya, serta bagian dari dinding sel kebanyakan fungi dan alga. Setiap tahun

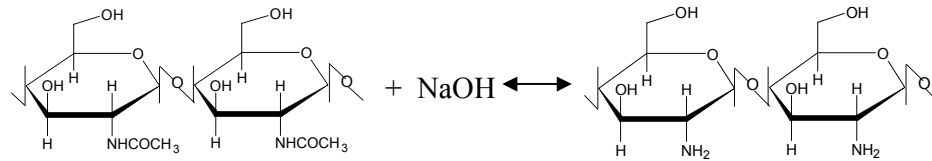
perairan (laut) di hasilkan sekitar 10^{11} ton kitin, namun kurang dari 0,1% yang dimanfaatkan kembali. Kitin memiliki struktur yang mirip selulosa. Bila selulosa tersusun atas monomer glukosa, maka kitin tersusun dari monomer N-asetilglukosamin. Keduanya memiliki kelarutan yang sangat rendah dalam air serta mengalami biodegradasi melalui mekanisme yang hampir serupa dengan melibatkan kompleks enzim (Toharisman, 2007).

Kitin merupakan zat padat amorphous, tidak larut dalam air, asam anorganik encer, alkali encer dan pekat, alkohol dan pelarut organik lainnya dan bersifat polikationik. Secara kimiawi kitin merupakan polimer β -(1,4)-2-asetamido-2-deoksi-D-glukosamin yang dapat dicerna oleh mamalia (Mardiah, 2006). Rumus molekul kitin ditunjukkan dalam Gambar 2.4.



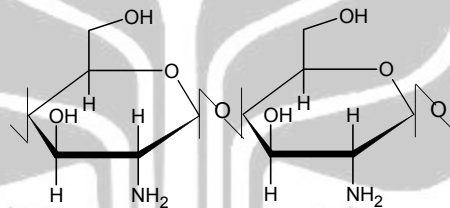
Gambar 2.4. Struktur Glukosamin yang terangkai 1,4 β pembentuk rantai kitin
Sumber: (<http://www.aapspharmscitech.org>, diakses pada tanggal 10 Maret 2010)

Kitosan merupakan turunan kitin yang mempunyai struktur mirip dengan selulosa dengan gugus hidroksil pada C2 diganti oleh gugus amin. Cara umum membuat kitosan adalah dengan menambahkan larutan NaOH 40%-50% pada serbuk kitin, kemudian dipanaskan pada suhu 100°C atau lebih untuk menghilangkan gugus asetil dari kitin. Proses penghilangan gugus asetil pada kitin disebut proses deasetilasi. Reaksi penghilangan gugus asetil disajikan dalam Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Reaksi penghilangan gugus asetil pada kitin menjadi kitosan
 Sumber: (<http://www.aapspharmscitech.org>, diakses pada tanggal 10 Maret 2010)

Tujuan penghilangan gugus asetil untuk mengurangi halangan ruang (sterik), sehingga dihasilkan produk yang bentuk molekulnya lebih sederhana. Oleh karena itu kitosan lebih reaktif daripada kitin. Kereaktifan ini terletak pada banyaknya jumlah gugus amin pada satu rantai kitin. Gugus amin memiliki sepasang elektron bebas yang digunakan untuk mengikat logam yang bermuatan positif. Rumus molekul kitosan ditunjukkan dalam Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Struktur Glukosamin yang terangkai 1,4 β pembentuk rantai kitosan
 Sumber: (<http://www.aapspharmscitech.org>, diakses pada tanggal 10 Maret 2010)

Kitosan berbentuk serbuk warna putih atau kuning, tidak berbau, tidak beracun, tidak larut dalam air, tidak larut dalam larutan basa kuat dan asam sulfat, sedikit larut dalam asam hidroklorida dan asam fosfat (Marganof, 2003). Asam asetat 1% dapat melarutkan kitosan. Larutan yang mengandung kitosan, tidak stabil pada pH diatas 7. Pada pH diatas 7 terbentuk endapan atau terjadi pembentukan gelatin.

Sifat polielektrolit berhubungan dengan gugus fungsi yang terdapat pada rantai kitosan yaitu amina dan hidroksil. Adanya gugus fungsi menyebabkan

kitosan menjadi reaktif terhadap senyawa lain. Kereaktifan kitosan dimanfaatkan untuk mengikat zat-zat lain yang dapat merugikan kesehatan manusia seperti logam beracun dalam darah manusia. Kitosan mempunyai gugus fungsi yang digunakan membentuk ikatan dengan logam. Gugus fungsi adalah bagian atom yang menunjukkan daerah paling reaktif dari suatu senyawa. Rantai kitosan mempunyai gugus fungsi yang dapat digunakan untuk berikatan dengan logam yaitu amina dan hidroksil.

Perbedaan antara kitin dan kitosan didasarkan pada kandungan nitrogennya. Bila nitrogen kurang dari 7% maka polimer disebut kitin dan apabila kandungan total nitrogennya lebih dari 7% maka disebut kitosan. Kitosan yang disebut juga dengan β -(1,4)-2-amino-2-deoksi-D-glukosamin merupakan senyawa yang tidak larut dalam air, sedikit larut dalam HCl, HNO₃, dan H₃PO₄ dan tidak larut dalam H₂SO₄. Kitosan tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi dan bersifat polielektrolitik. Disamping itu kitosan dapat dengan mudah berinteraksi dengan zat-zat organik lainnya seperti protein. Oleh karena itu kitosan lebih banyak digunakan pada berbagai bidang industry (Mardiah, 2006).

Besarnya nilai parameter standar yang dikehendaki untuk kitosan dalam dunia perdagangan dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Kualitas Standar Kitosan

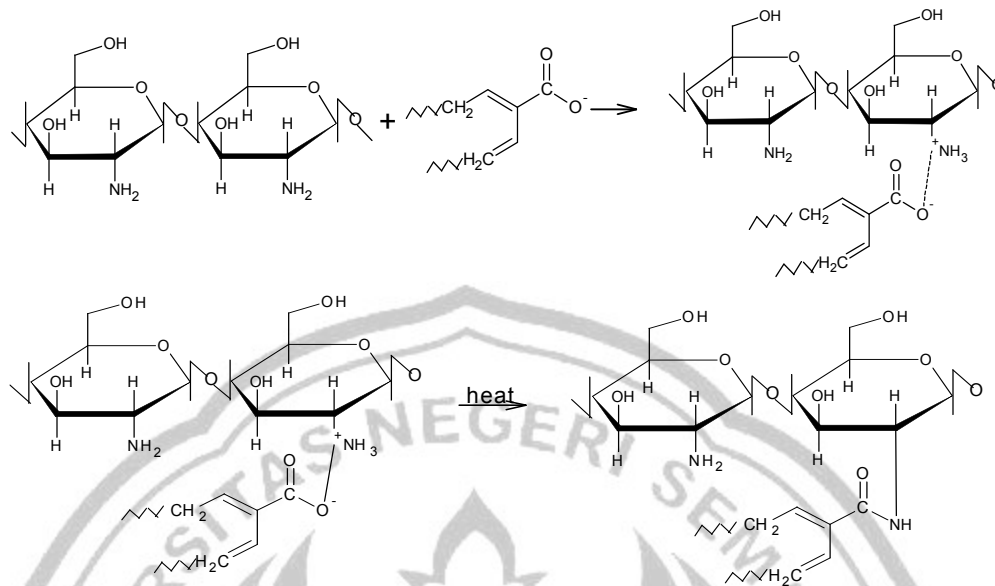
Sifat-sifat Kitosan	Nilai yang dikehendaki
Bentuk	Serbuk/Serpihan
Warna	Putih sampai krem
Bau	Tidak berbau
Rasa	Tidak berasa
Kadar Abu	$\leq 2 \%$
Kadar Air	$\leq 10 \%$
Derajat Deasetilasi	$\geq 70 \%$
Kadar N	$> 7 \%$

(Sumber : Anon dalam Basmal, 2007)

2.6 Imobilisasi Asam Humat Oleh Kitosan

Kitosan dapat digunakan sebagai padatan pendukung dalam mengimobilisasi asam humat untuk memperkaya situs aktif adsorben sehingga dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi terhadap logam.

Proses imobilisasi melibatkan gugus fungsional utama asam humat $-\text{COO}^-$ dan kitosan $-\text{NH}_2$, dimana gugus fungsional utama kitosan yang diaktivasi dalam larutan asam akan mengalami protonasi menghasilkan muatan positif dan gugus fungsional utama asam humat yang diaktivasi dalam basa akan terdeprotonasi menghasilkan muatan negatif. Perbedaan muatan diantara kedua situs aktif tersebut memungkinkan terjadinya interaksi elektrostatik. Interaksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.7.



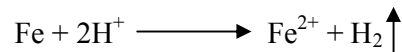
Gambar 2.7. Reaksi Crosslinking Asam Humat dan Kitosan
Sumber: (Pine, Stanley H, et al. 1988)

Imobilisasi asam humat pada permukaan kitosan membentuk senyawa humat-kitosan yang dapat menurunkan kelarutan asam humat pada pH tinggi. Permukaan kitosan bertindak sebagai penyangga molekul asam humat yang semula bentuknya tidak beraturan berubah menjadi linier menyesuaikan dengan permukaan kitosan, sehingga situs aktif asam humat terimobilisasi menjadi lebih terbuka. Dengan demikian, jumlah situs aktif pada asam humat terimobilisasi semakin bertambah sehingga kemampuan mengadsorpsi kation logam akan meningkat (Khoerunnisa, 2005).

2.7 Ion Logam Besi (II)

Besi yang murni adalah logam yang berwarna putih-perak, yang kukuh dan liat. Ia melebur pada 1535°C . Jarang terdapat besi komersil yang murni, biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, dan sulfida dari besi, serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar ini memainkan peranan yang

penting dalam kekuatan struktur besi. Besi dapat dimagnetkan. Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer melarutkan besi, menghasilkan garam-garam besi(II) dan gas hidrogen



Garam-garam besi(II) atau fero diturunkan dari besi(II) oksida, FeO. Dalam larutan, garam-garam ini mengandung kation Fe^{2+} dan berwarna sedikit kehijauan. Ion besi(II) dapat mudah teroksidasi menjadi besi(III), sehingga merupakan pereduksi yang kuat. Semakin kurang asam larutan itu, maka efeknya semakin nyata. Dalam suasana netral atau basa bahkan oksigen dari atmosfer akan mengoksidasi ion besi(II). Maka larutan besi(II) harus sedikit asam bila disimpan untuk waktu yang lama. Zat-zat pereduksi mengubah ion besi(III) menjadi besi(II) (Vogel 1990: 257).

Densitas muatan besi(II) $\sim 98 \text{ C mm}^{-3}$ berbeda dengan besi(III) $\sim 232 \text{ C mm}^{-3}$. Semua garam besi(II) terhidrat mengandung ion $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ pucat kehijauan, walaupun sebagian teroksidasi menjadi besi(III) kuning kecoklatan.

Logam Fe termasuk dalam logam berat esensial, dimana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah berlebihan dapat menimbulkan efek racun. Daya racun yang dimiliki akan bekerja sebagai penghalang kerja enzim, sehingga proses metabolisme tubuh terputus. Logam berat ini bila terlalu banyak dikonsumsi dalam tubuh manusia dapat menimbulkan efek buruk bagi kesehatan, bergantung pada bagian mana logam berat tersebut terikat dalam tubuh, sedangkan ambang batas di perairan

adalah 0,3 mg/L. Pelapukan beberapa jenis batuan antara lain pyrite (FeS_2) dan hematite (Fe_2O_3) merupakan sumber unsur di perairan. Sumber besi yang lain pada suatu perairan berasal dari larutnya pipa besi, reservoir air dari besi atau endapan-endapan limbah industri dan pembakaran batubara.

2.8 Adsorpsi

Adsorpsi adalah fenomena konsentrasi molekul padatan atau cairan pada permukaan padatan, ketika luas permukaan padatan dikenakan gas atau padatan, molekul dari gas atau fase larutan tertimbun atau terkonsentrasi pada permukaan. (Bahl, B.S 2004: 675).

Adsorpsi adalah gejala pengumpulan molekul-molekul suatu zat pada permukaan baik sebagai akibat daripada ketidakjenuhan gaya pada permukaan tersebut. Walaupun proses tersebut dapat terjadi pada seluruh permukaan benda, tetapi yang sering terjadi adalah bahan padat menyerap partikel yang berada pada limbah cair. Bahan yang diserap disebut adsorbat atau solut, sedangkan bahan penyerapnya disebut adsorben. Material-material yang dapat digunakan sebagai adsorben diantaranya adalah asam humat, tanah diatomae, bentonit, biomassa mikroorganisme air serta adsorben-adsorben yang umum dipakai seperti kitin, kitosan, karbon aktif, alumina, silika gel dan zeolit.

Adsorpsi yang terjadi pada permukaan zat padat disebabkan oleh adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan zat padat. Energi potensial permukaan dari molekul turun dengan mendekatnya molekul ke permukaan. Molekul teradsorpsi dapat dianggap membentuk fasa dua dimensi dan biasanya

terkonsentrasi pada permukaan atau antar muka (Alberty dan Daniels 1983: 230).

Menurut Atkins (1997: 437) adsorpsi dibagi menjadi 2 yaitu :

1. Adsorpsi Fisika

Adsorpsi ini terdapat antaraksi Van der Waals antara adsorbat dan substrat dengan jarak jauh, lemah, dan energi yang dilepaskan jika partikel terfisisorpsi mempunyai orde besaran yang sama dengan entalpi kondensasi. Entalpi yang kecil ini tidak cukup untuk menghasilkan pemutusan ikatan, sehingga molekul yang terfisisorpsi tetap mempertahankan identitasnya, walaupun molekul itu dapat terdistorsi dengan adanya permukaan.

2. Adsorpsi Kimia

Dalam hal ini partikel melekat pada permukaan dengan membentuk ikatan kimia (kovalen), dan cenderung mencari tempat yang memaksimalkan bilangan koordinasinya dengan substrat. Molekul yang terkimisorpsi, dapat terpisah karena tuntutan valensi atom permukaan, sebagai hasil kimisorpsi.

2.9 Isoterm Adsorpsi

2.9.1. Isoterm Adsorpsi Langmuir

Langmuir menggambarkan bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan. Pada setiap situs aktif hanya ada satu molekul yang dapat diadsorpsi. Adsorpsi Langmuir didasarkan pada asumsi bahwa: (1) pada permukaan adsorben terdapat situs aktif yang proposional dengan luas permukaan dimana masing-masing situs aktif hanya dapat mengadsorpsi satu molekul saja, dengan demikian adsorpsi terbatas pada pembentukan lapisan tunggal (*monolayer*), (2) pengikatan adsorbat pada

permukaan adsorben dapat berlangsung secara fisika atau kimia tetapi harus cukup untuk mencegah perpindahan molekul teradsorpsi pada permukaan. Adsorpsi isoterm Langmuir dapat dinyatakan dalam bentuk persamaan sebagai berikut:

$$m = \frac{b \cdot K \cdot C}{1 + K \cdot C} \dots \dots \dots (1)$$

Persamaan adsorpsi isoterm Langmuir di atas dapat ditulis dalam bentuk persamaan linier yaitu:

$$\frac{C}{m} = \frac{1}{b \cdot K} + \frac{C}{b} \dots \dots \dots (2)$$

Keterangan:

C = Konsentrasi ion logam dalam larutan (mg/L)

m = Jumlah logam yang teradsorpsi per gram adsorben pada konsentrasi C

b = Kapasitas adsorpsi maksimum (mg mol logam terserap pada keadaan jenuh.

K = Konstanta kesetimbangan.

Dari kurva linier hubungan antara C/m dengan C dapat diperoleh konstanta kesetimbangan (K) dari intersep=1/bK dan kapasitas adsorpsi maksimum (b) diperoleh dari slope=1/b (Castelan,1983:436).

Berdasarkan harga K, maka energi adsorpsi dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Energi adsorpsi} = R T \ln K$$

Dengan R adalah tetapan gas ideal (8,314 J/Kmol), dan T adalah temperatur (dalam Kelvin) dan K adalah konstanta keseimbangan adsorpsi.

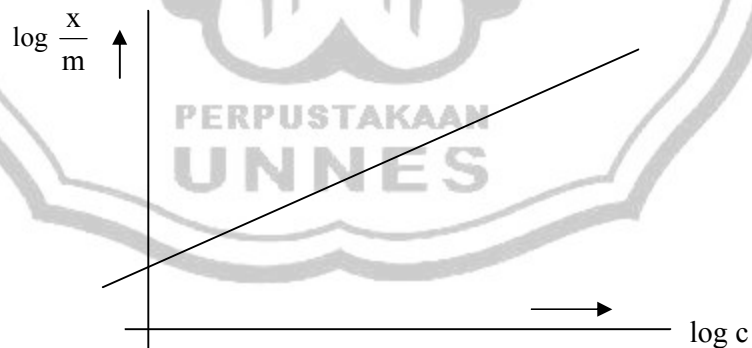
2.9.2. Isoterm Adsorpsi Freundlich

Isoterm adsorpsi Freundlich mengasumsikan bahwa permukaan pori adsorben bersifat heterogen dengan distribusi panas adsorpsi yang tidak seragam sepanjang permukaan adsorben. Freundlich menyatakan bahwa isoterm dinyatakan dalam persamaan

$$\frac{x}{m} = k \cdot c^{1/n} \quad (1)$$

$$\log \frac{x}{m} = \log k + 1/n \log c \quad (2)$$

dimana $\frac{x}{m}$ adalah jumlah logam yang teradsorpsi per gram adsorben, c adalah konsentrasi pada fase cair, k adalah konstanta Freundlich dan n adalah konstanta empiris tergantung pada sifat zat. Menurut persamaan Freundlich, jumlah zat yang teradsorpsi meningkat secara signifikan bila konsentrasi atau tekanan meningkat (Soemirat, 2005)



Gambar 1. Grafik hubungan antara $\log \frac{x}{m}$ dengan $\log c$

2.10 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri Serapan Atom merupakan suatu metode analisis kimia untuk menentukan jumlah unsur dalam suatu sampel dengan konsentrasi yang sangat rendah (ppm/ppj). Metode ini sangat peka untuk penentuan sekitar 67 macam unsur, baik logam maupun semi logam. Logam yang membentuk campuran kompleks juga dapat dianalisis (Khopkar 1984: 274), Skema alat SSA disajikan pada Gambar 2.8.

Metode ini menggunakan hukum Lambert-Beer, yakni Absorbansi berbanding langsung dengan tebal larutan dan konsentrasi larutan.

Persamaan Lambert-Beer: $A = a b c$

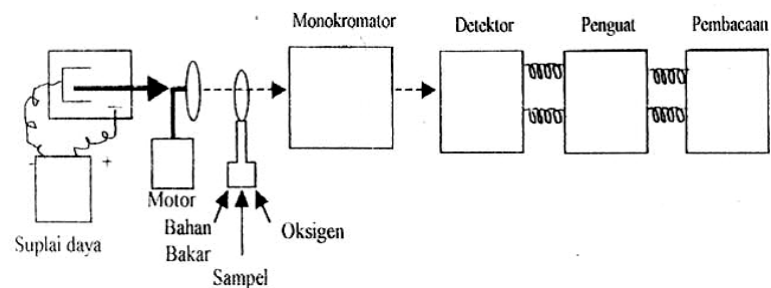
dimana:

A = absorbansi

a = konstanta disebut absorptivitas

b = tebal larutan

c = konsentrasi larutan



Gambar 2.8. Skema alat Spektrofotometer Serapan Atom
Sumber: (Hendayana, 1994)

a. Lampu Katoda Cekung

Berfungsi sebagai penyedia radiasi dengan energi tertentu, Sumber radiasi yang paling banyak digunakan untuk pengukuran secara spektroskopi absorpsi

atom adalah lampu katoda cekung (*hollow cathode lamp/HCL*). HCL terdiri dari anoda tungsten (bermuatan positif) dan katoda silindris (bermuatan negatif) dimana kedua elektroda tersebut berada di dalam sebuah tabung gelas yang diisi dengan gas neon (Ne) atau argon (Ar).

b. Atomizer

Piranti (*device*) untuk merubah materi menjadi atom-atom bebas. Karena umumnya atom-atom berada dalam keadaan berikatan pada suhu rendah, maka umumnya melibatkan suhu tinggi, menghasilkan atom tereksitasi dari sampel.

c. Monokromator

Monokromator adalah alat yang paling umum dipakai untuk menghasilkan berkas radiasi dengan satu panjang gelombang. Monokromator untuk radiasi ultra violet, sinar tampak dan infra merah adalah serupa, yaitu mempunyai celah (*slit*), lensa, cermin dan *prisma* atau grating. Terdapat 2 macam monokromator yaitu monokromator prisma Bunsen dan monokromator grating Czerny-Turney.

d. Detektor

Fungsi detektor adalah mengubah energi sinar menjadi energi listrik yang dihalikan untuk dapat menggerakkan jarum (bila sistem pembacaanya merupakan sistem jarum), akan mengeluarkan angka digital, atau menggerakkan pen pada rekorder maupun menampilkan angka pada layar monitor.

e. Amplifire (Penguat Sinyal)

Amplifire berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.

f. Rekorder

Rekorder merupakan sistem pembacaan pada SSA. Signal listrik dari detektor bisanya diperkuat dengan amplifier kemudian direkam sebagai spektrum yang berbentuk puncak-puncak. Plot antara panjang gelombang dan absorban akan dihasilkan spektrum.

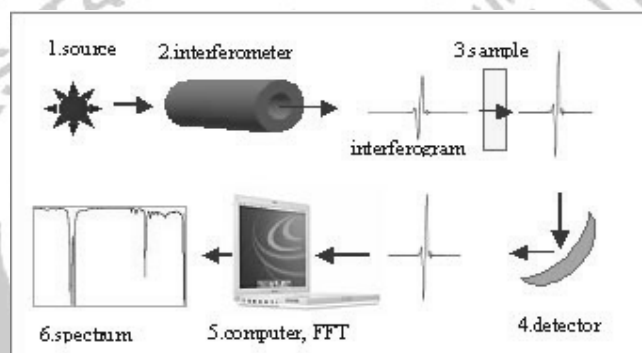
Prinsip kerja SSA adalah mengacu pada absorpsi atom terhadap cahaya. Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat unsurnya. Dengan absorpsi energi, atom akan memperoleh lebih banyak energi, sehingga akan naik tingkat energinya dari keadaan dasar (*ground state*) ke tingkat energi tereksitasi (*excited state*) (Khopkar, 1984). Energi ini akan dipancarkan kembali ketika atom tereksitasi turun kembali ke keadaan dasarnya. Energi inilah yang akan terdeteksi oleh detektor (Hendayana, 1994).

Cuplikan yang diukur dalam SSA adalah berupa larutan, biasanya air sebagai pelarutnya. Larutan cuplikan tersebut mengalir ke dalam ruang pengkabutan, karena terisap oleh aliran gas bahan bakar dan oksigen yang cepat. Berbeda dengan spektroskopi sinar tampak, metode ini tidak mempedulikan warna larutan, sedangkan larutan cuplikan diatomisasi dahulu (Hendayana, 1994).

Kelebihan analisis unsur dengan SSA antara lain analisis dapat dilakukan dengan cepat, ketelitian tinggi sampai tingkat runut (kemungkinan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runut) dan tidak memerlukan *pemisahan* (penentuan suatu unsur dapat dilakukan dengan kehadiran unsur lain, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia) (Khopkar, 1984).

2.11 Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan salah satu metode dari spektroskopi infra merah. FTIR dapat mengukur frekuensi inframerah secara bersamaan. Keuntungan menggunakan FTIR adalah dapat mengidentifikasi senyawa yang tidak diketahui, dapat mendeteksi kualitas dari sampel, dan dapat mendeteksi jumlah komponen dalam suatu senyawa. Adapun skema alat FTIR seperti pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Skema alat FTIR

Sumber : (www.nuance.northwestern.edu, diakses pada tanggal 22 Maret 2010).

1. Sumber cahaya: sinar melewati sebuah celah yang mengontrol jumlah energi yang dipancarkan sebelum menuju sampel.
2. Interferometer: sinar masuk dalam interferometer sehingga menghasilkan sinyal interferogram. Sinyal interferogram kemudian keluar dari interferometer.
3. Sampel: sinar masuk dalam ruang sampel dimana sinar tersebut diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel.

4. Detektor: sinar yang melewati detektor merupakan pengukuran yang terakhir. Detektor digunakan untuk mengukur sinyal interferogram yang khusus.
5. Komputer: sinar yang terukur, dikirim ke computer dimana tranformasi Fourier terjadi. Spektrum inframerah yang terakhir kemudian digunakan untuk interpretasi dan beberapa manipulasi lebih lanjut (www.thermonicolet.com, diakses pada tanggal 22 Maret 2010).



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah tanah gambut yang diambil dari Rawa Pening dan cangkang udang yang berasal dari tempat pengupasan kulit udang di Pati. Sampel dalam penelitian ini adalah cuplikan asam humat dan kitosan yang disintesis serta larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibuat di Laboratorium Kimia FMIPA UNNES.

3.2 Variabel Penelitian

a. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang harganya divariasi. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu variasi waktu kontak dan konsentrasi larutan logam Fe(II).

b. Variabel Tergantung

Variabel tergantung adalah variabel yang nilainya tergantung dari variabel bebas. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah konsentrasi kemampuan adsorpsi ion logam Fe (II) pada adsorben.

c. Variabel Terkendali

Variabel terkendali adalah variabel yang dijaga atau dikendalikan agar selalu konstan. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah pengadukan, suhu, kecepatan sentrifugasi dan pH adsorpsi.

3.3 Prosedur penelitian

3.3.1 Alat dan bahan

Alat:

- pH meter
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merk Perkin Elmer
- FTIR Shimadzu-8201 PC
- *Centrifuge*
- Neraca analitik merk Ohaus Explorer
- Seperangkat alat refluks dan destilasi
- Magnetik stirer
- Tabung *centrifuge*
- Termometer
- Cawan porselin
- Labu Erlenmeyer (100 ml, 250 ml) Iwaki Pyrex
- Labu takar 10 mL; 50 mL; 100mL; 500 mL
- Gelas kimia 100 mL; 250 mL; 1 L
- Pipet volume; 25 mL; 50 mL
- Ayakan 50 dan 100 mesh
- Lumpang

Bahan:

- $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Tanah gambut yang berasal dari daerah Rawapening
- Kulit udang yang berasal dari Pati

- HNO₃ pekat
- HCl 6 N
- HF 0,3 M
- NaOH
- AgNO₃
- K₂S
- K₂SO₄
- HgO
- H₂SO₄ pekat
- Indikator metil merah
- Aquades
- Kertas saring Whatman 42

3.3.2 Cara kerja

3.3.2.1 Isolasi Asam Humat dari Tanah Gambut

Sebanyak 100 gram tanah gambut yang telah dikeringkan dan digerus, diekstraksi dengan 1.000 mL NaOH 0,1 M selama 24 jam. Supernatan yang terbentuk didekantir lalu diasamkan dengan HCl 6 M hingga pH 1 dan didiamkan selama 16 jam, selanjutnya supernatan disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 10 menit sehingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas berupa asam fulvat dan lapisan bawah berupa endapan asam humat. Padatan yang diperoleh berupa asam humat kotor (*Crude humic acids*).

Asam humat kotor dilarutkan dalam larutan NaOH 0,1 M lalu diasamkan dengan HCl 6 M hingga pH 1 dan didiamkan selama 16 jam, selanjutnya supernatan disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 10 menit. Padatan asam humat yang diperoleh dimasukkan kedalam wadah plastik berisi larutan campuran 0,1 M HCl dan 0,3 M HF dan digojog selama 20 jam pada temperatur kamar. Proses pemurniaan dilakukan sebanyak 2 kali. Setelah diperoleh asam humat murni, kemudian dikeringkan dengan cara dioven 60°C selama 1 jam. Selanjutnya asam humat dikarakterisasi gugus aktifnya menggunakan FTIR (Khoerunnisa, 2005).

3.3.2.2 Penetapan Kadar Abu Asam Humat

Sebanyak 50 mg asam humat dimasukkan ke dalam cawan porselin dan dipanaskan dalam *furnace* hingga suhu 750°C selama 4 jam. Berat sampel sebelum dan sesudah dipanaskan dicatat, dilakukan 3 kali pengulangan.

3.3.2.3 Isolasi Kitosan dari Cangkang Udang

Cangkang udang dibuat kitin dahulu menggunakan metode Hong K (dalam Sehol, 2008). Cangkang udang yang telah dikeringkan digerus halus dan diayak dengan ayakan 50 mesh. Deproteinasi cangkang dilakukan dengan merefluks 150 gram cangkang yang telah diayak, dengan 1500 mL NaOH 3,5% (b/v) selama 2 jam pada suhu 65°C, hasilnya didinginkan dan disaring. Residu yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades hingga netral. Dilakukan demineralisasi, sebanyak 100 gram residu dicampurkan dengan 1500 mL HCl 1 M dan diaduk selama 30

menit pada suhu kamar, kemudian disaring. Residu yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga netral, kemudian dikeringkan pada suhu 60°C dan diperoleh kitin.

70 gram serbuk kitin yang sudah dikeringkan dicampur dengan 700 mL larutan NaOH 50%. Campuran diaduk selama 30 menit dan suhu diatur 100°C, kemudian disaring. Campuran dicuci berulang-ulang dengan akuades hingga netral. Setelah netral, campuran dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C, disimpan dalam desikator maka diperoleh kitosan. Selanjutnya kitosan dikarakterisasi gugus aktifnya menggunakan FTIR (Sehol, 2008).

3.3.2.4 Penetapan Kadar Abu Kitosan

Sebanyak 50 mg kitosan dimasukkan ke dalam cawan porselin dan dipanaskan dalam *furnace* hingga suhu 750°C selama 4 jam. Berat sampel sebelum dan sesudah dipanaskan dicatat, dilakukan 3 kali pengulangan.

3.3.2.5 Perhitungan Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi adalah persentase gugus asetil yang berhasil dihilangkan selama proses deproteinasi kitin, dimana kitin diberi perlakuan dengan menambahkan NaOH 50% yang menyebabkan terhidrolisisnya gugus asetil dari gugus asetamida pada kitin. Derajat deasetilasi dapat ditentukan dari spektrum serapan spektroskopi IR dengan metode garis dasar. Puncak tertinggi dicatat dan diukur dari garis dasar yang dipilih. Perbandingan dari bilangan gelombang antara serapan pita amida (1655 cm^{-1}) dengan serapan pita hidroksi (3450 cm^{-1}).

$$\text{Derajat Deasetilasi} = 100 - \left[\left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right) \times \left(\frac{100}{1,33} \right) \right]$$

(Sumber : Yuliusman, 2009)

Keterangan :

Sampel: Kitosan

A_{1655} : Serapan pita amida

A_{3450} : Serapan pita hidroksi

3.3.2.6 Penentuan Kadar N Kitosan

Ditimbang 1 gram kitosan yang telah dihaluskan, dimasukkan kedalam labu kyeldahl kemudian ditambahkan 7,5 gram K_2SO_4 dan 0,35 gram HgO dan 15 mL H_2SO_4 pekat. Campuran kemudian dipanaskan dalam labu kyeldahl dalam almari asam sampai berhenti berasap. Pemanasan diteruskan sampai cairan menjadi jernih dan didinginkan. Kemudian ditambahkan 100 mL akuades dalam labu kyeldahl yang didinginkan dalam almari es dan beberapa lempeng Zn, ditambahkan juga 15 mL larutan K_2S 4% (dalam air) dan akhirnya ditambahkan pelan-pelan larutan NaOH 50% sebanyak 50 mL yang sudah didinginkan dalam almari es. Labu kyeldahl dipasang dengan segera pada alat destilasi. Labu kyeldahl dipanaskan pelan-pelan sampai lapisan cairan tercampur, kemudian dipanaskan dengan cepat sampai mendidih. Destilat ditampung dalam erlenmeyer yang telah diisi dengan 50 mL larutan standar HCl 0,1 N dan 5 tetes indikator metil merah. Destilasi dilakukan sampai destilat yang tercampur sebanyak 75 mL. Destilat yang diperoleh dititrasi dengan

larutan standar NaOH 0,1 N dan buat larutan blangko dengan mengganti bahan dengan akuades.

Perhitungan kadar N dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut :

$$\% N = \frac{\text{ml NaOH (blanko-sampel)}}{\text{berat sampel (g)} \times 1000} \times N.NaOH \times 14,008 \times 100\%$$

(Sudarmadji, 1997)

3.3.2.7 Imobilisasi Asam Humat pada Kitosan

Sebanyak 20 gram kitosan dilarutkan dengan 125 mL HCl 0,5M hingga mengental dan sebanyak 2 gram asam humat dilarutkan dalam 125 mL NaOH 0,5 M. Selanjutnya 125 mL larutan asam humat dicampurkan dengan kitosan yang mengental dan diaduk selama 24 jam. Campuran disaring dan dibilas dengan akuades, kemudian dikeringkan pada suhu 50-60°C dan dikeringkan pada temperatur kamar kemudian diayak dengan ayakan 50 mesh. Selanjutnya asam humat-kitosan dikarakterisasi gugus aktifnya menggunakan FTIR (Rahmanto, 2006).

3.3.2.8 Penentuan Kadar N Asam Humat-Kitosan

Ditimbang 1 gram Asam Humat-Kitosan yang telah dihaluskan, dimasukkan kedalam labu kyeldahl kemudian ditambahkan 7,5 gram K₂SO₄ dan 0,35 gram HgO dan 15 mL H₂SO₄ pekat. Campuran kemudian dipanaskan dalam labu kyeldahl dalam almari asam sampai berhenti berasap. Pemanasan diteruskan sampai cairan menjadi jernih dan didinginkan. Kemudian ditambahkan 100 mL akuades dalam labu kyeldahl yang didinginkan dalam almari es dan beberapa lempeng Zn, ditambahkan juga 15 mL larutan K₂S 4% (dalam air) dan akhirnya ditambahkan pelan-

pelan larutan NaOH 50% sebanyak 50 mL yang sudah didinginkan dalam almari es. Labu kyeldahl dipasang dengan segera pada alat destilasi. Labu kyeldahl dipanaskan pelan-pelan sampai lapisan cairan tercampur, kemudian dipanaskan dengan cepat sampai mendidih. Distilat ditampung dalam erlenmeyer yang telah diisi dengan 50 mL larutan standar HCl 0,1 N dan 5 tetes indikator metil merah. Destilasi dilakukan sampai destilat yang tercampur sebanyak 75 mL. Destilat yang diperoleh dititrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 N dan buat larutan blangko dengan mengganti bahan dengan akuades.

Perhitungan kadar N dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut :

$$\% N = \frac{\text{ml NaOH (blanko-sampel)}}{\text{berat sampel (g)} \times 1000} \times N.NaOH \times 14,008 \times 100\%$$

(Sudarmadji, 1997)

3.3.2.9 Pembuatan Larutan Induk Fe(II) 1000 ppm

Sebanyak 7,0 gram serbuk $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Ditambahkan aquades sampai tanda batas.

3.3.2.10 Pembuatan kurva kalibrasi larutan Fe(II)

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi Fe(II) 0, 0,5, 1, 2, 3, 4, 6, 8 dan 10 ppm, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

3.3.2.11 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) teradsorpsi pada Asam Humat

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg asam humat dan 50 mL larutan Fe(II) 60 ppm, pH suspensi diatur pada pH 6

(Setyowati, 2007). Tabung digojog secara mekanik dengan variasi waktu penggojokan 30; 60; 90; 120; 150 dan 180 menit pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir.

3.3.2.12 Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Asam Humat

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg asam humat dan 50 mL larutan Fe(II) dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm, pH suspensi diatur pada pH 6 (Setyowati, 2007). Tabung digojog secara mekanik dengan waktu penggojokan optimum pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir, kemudian dihitung kapasitas dan energi adsorpsinya.

3.3.2.13 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) teradsorpsi pada Kitosan

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg kitosan dan 50 mL larutan Fe(II) 60 ppm, pH suspensi diatur pada pH 5 (Sehol, 2008). Tabung digojog secara mekanik dengan variasi waktu penggojokan

30; 60; 90; 120; 150 dan 180 menit pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir.

3.3.2.14 Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Kitosan

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg kitosan dan 50 mL larutan Fe(II) dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm, pH suspensi diatur pada pH 5 (Sehol, 2008). Tabung digojog secara mekanik dengan waktu penggojokan optimum pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir, kemudian dihitung kapasitas dan energi adsorpsinya.

3.3.2.15 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) teradsorpsi pada Asam Humat-Kitosan

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg asam humat-kitosan dan 50 mL larutan Fe(II) 60 ppm, pH suspensi diatur pada pH 4 (Rahmanto, 2006 yang dimodifikasi). Tabung digojog secara mekanik dengan variasi waktu penggojokan 30; 60; 90; 120; 150 dan 180

menit pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir.

3.3.2.16 Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Asam Humat-Kitosan

Ke dalam 6 erlenmeyer masing-masing dimasukkan 50 mg asam humat-kitosan dan 50 mL larutan Fe(II) dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm, pH suspensi diatur pada pH 4 (Rahmanto, 2006 yang dimodifikasi). Tabung digojog secara mekanik dengan waktu penggojokan optimum pada suhu kamar (25°C - 26°C), kemudian masing-masing suspensi disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 20 menit dan disaring dengan kertas saring Whatman. Absorbansi filtrat diukur dengan alat SSA sehingga didapat konsentrasi Fe(II) akhir. Konsentrasi Fe(II) teradsorpsi atau terikat dihitung dari selisih konsentrasi Fe(II) awal dan akhir, kemudian dihitung kapasitas dan energi adsorpsinya.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini disajikan hasil penelitian dan pembahasan tentang pembuatan adsorben asam humat, kitosan dan humat-kitosan serta karakterisasinya meliputi kadar abu, kadar nitrogen, derajat deasetilasi dan identifikasi gugus fungsional dengan spektroskopi FTIR kemudian dilanjutkan dengan mengkaji pengaruh konsentrasi ion logam dan waktu kontak terhadap adsorpsi ion logam Fe(II) oleh adsorben.

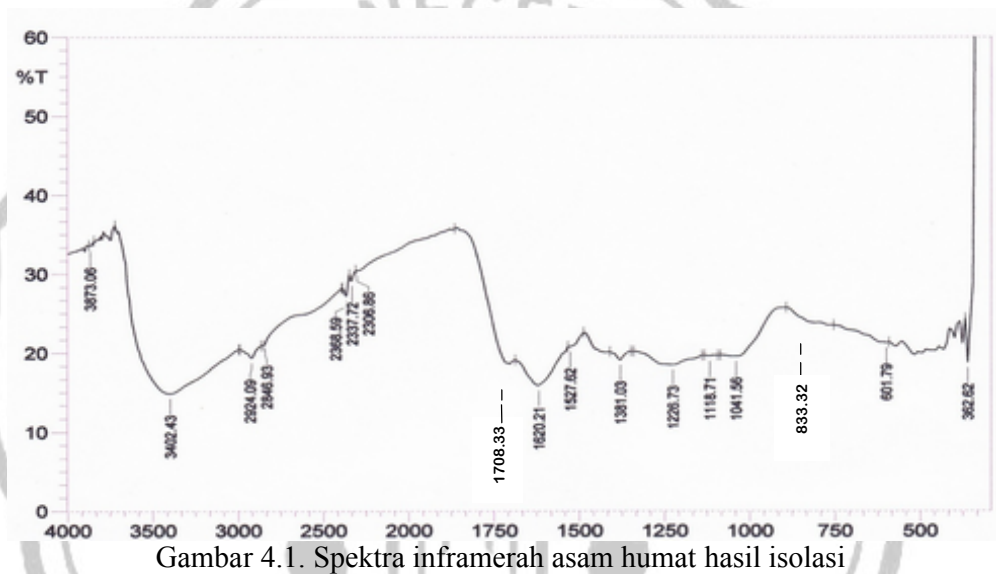
4.1 Isolasi dan Pembuatan Adsorben

4.1.1 Isolasi dan karakterisasi adsorben asam humat

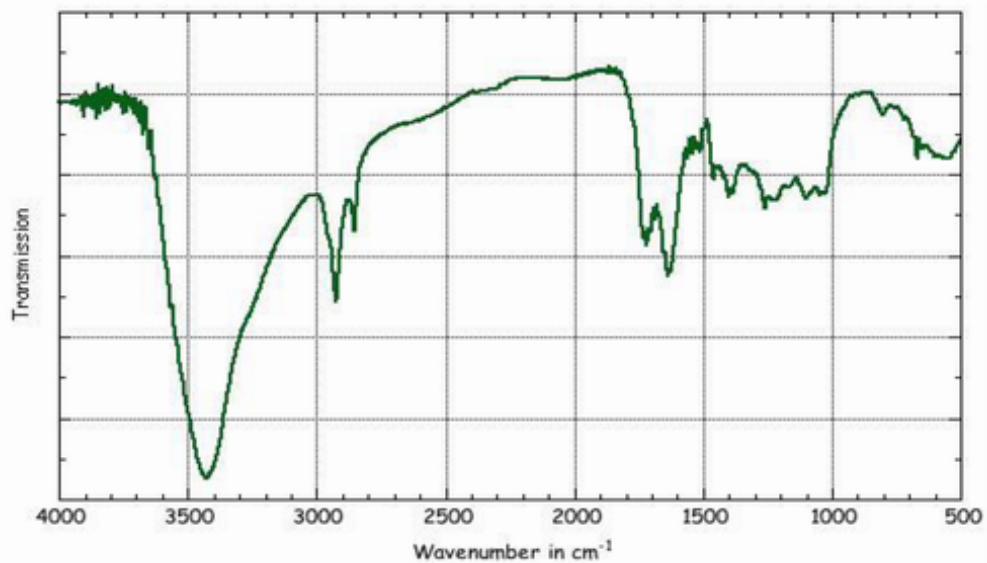
Asam humat diperoleh dari hasil isolasi tanah gambut yang berasal dari Rawapening-Jawa Tengah. Isolasi asam humat dilakukan dengan metode ekstraksi alkali seperti yang direkomendasikan oleh *international Humic Substance Society* (IHSS). Untuk mengetahui keberhasilan isolasi asam humat, dilakukan penetapan kadar abu dan identifikasi gugus fungsional menggunakan FTIR.

Berdasarkan spektra FTIR asam humat hasil isolasi pada Gambar 4.1, nampak adanya pita serapan pada bilangan gelombang $3402,43\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur -OH . Serapan pada bilangan gelombang $2924,09\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur C-H alifatik. Pita serapan lemah disekitar $1708,33\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur -C=O dari gugus COOH. Pita serapan pada gelombang $1620,21\text{ cm}^{-1}$ diinterpretasikan kembali sebagai C=C aromatik atau C=O (keton terkonjugasi) yang mengikat hidrogen dan pita serapan lemah

pada bilangan gelombang $1527,62\text{ cm}^{-1}$ juga menunjukkan -C=C aromatis. Pita serapan sekitar $1226,73\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur -C-O dan -OH dari -COOH , vibrasi ulur -OH dari -COOH diperkuat dengan munculnya pita serapan pada bilangan gelombang $2368,59\text{ cm}^{-1}$ dan $2337,72\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan pada bilangan gelombang $833,32\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan mineral silika masih ada. Hal ini dimungkinkan kurang maksimalnya proses pemurnian.



Gambar 4.1. Spektra inframerah asam humat hasil isolasi



Gambar 4.2. Spektra Asam Humat menurut Goh dan Stevenson

Bentuk spektra yang melebar pada bilangan gelombang $3402,43 \text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi ulur -O-H dalam penelitian ini menunjukkan adanya pengaruh ikatan hidrogen pada senyawa humat. Munculnya spektra di sekitar bilangan gelombang $1041,56 \text{ cm}^{-1}$ diduga sebagai senyawa polisakarida yang terdapat dalam asam humat. Selain itu, asam humat yang diisolasi dari tanah memiliki ciri khas yaitu munculnya spektra pada bilangan gelombang sekitar $950\text{-}1150 \text{ cm}^{-1}$. Asam humat yang diisolasi dari sumber lain seperti danau dan sungai hampir tidak memberikan pita serapan pada bilangan gelombang ini (Rahmawati, 2004).

Spektra FTIR asam humat yang diperoleh dari penelitian ini mempunyai kemiripan dengan data spektroskopi inframerah asam humat yang dikemukakan oleh Stevenson dan Goh (1972) pada Gambar 4.2. yang menunjukkan bahwa pita serapan utama asam humat muncul pada bilangan 3400 cm^{-1} sebagai vibrasi ulur -OH . Pita serapan pada bilangan gelombang 2900 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur -C-H alifatik, pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang disekitar 1700 cm^{-1} merupakan vibrasi -C=O dari -COOH . Pita serapan pada bilangan gelombang 1610 cm^{-1} menunjukkan -C-C aromatis dan vibrasi ulur O-H pada C-O keton terkonjugasi. Disamping itu, -C-C aromatis ditunjukkan pula dengan munculnya pita serapan lemah pada bilangan gelombang disekitar 1500 cm^{-1} . Pita serapan sekitar 1200 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur -C-O dan -OH dari -COOH .

Hasil penetapan kadar abu asam humat hasil isolasi didapatkan sebesar $30,47\%$, tingginya kadar abu yang didapat disebabkan karena asam humat tersebut kemungkinan masih mengandung pengotor dikarenakan pemurnian yang kurang maksimal, hal ini dapat ditunjukkan pula pada spektra FTIR asam humat hasil

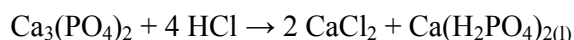
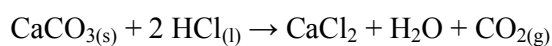
isolasi dimana terdapat serapan pada bilangan gelombang $833,32 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan masih terdapat pengotor silika.

Berdasarkan interpretasi spektra FTIR asam humat di atas dapat disimpulkan bahwa asam humat hasil isolasi dari tanah gambut yang berasal dari Rawapening-Jawa Tengah mengandung gugus fungsional $-\text{COOH}$ dan $-\text{OH}$. sehingga asam humat yang diperoleh dapat digunakan untuk tahap penelitian selanjutnya.

4.1.2 Isolasi dan karakterisasi adsorben kitosan

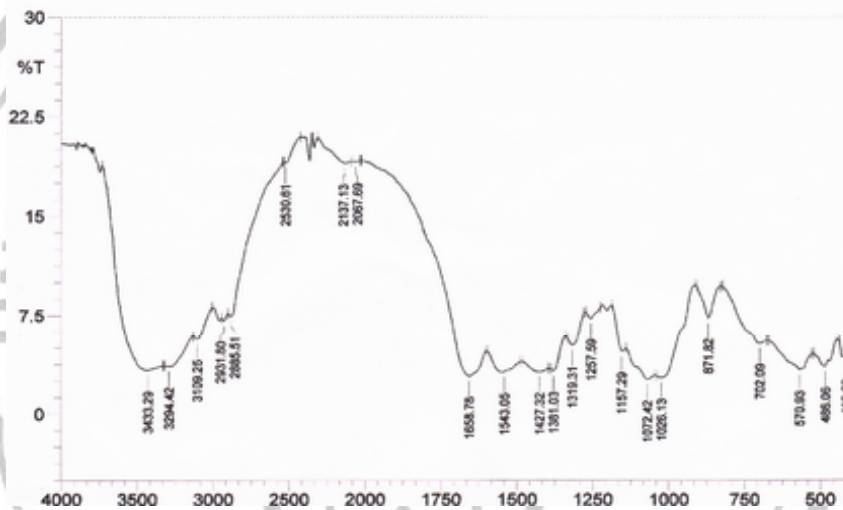
Dalam penelitian ini kitosan diperoleh dengan cara cangkang udang dijadikan kitin terlebih dahulu menggunakan metode Hong K (Sehol, 2008) melalui proses deproteinasi dan demineralisasi, selanjutnya dilakukan deasetilasi agar diperoleh kitosan.

Deproteinasi bertujuan untuk menghilangkan protein yang terdapat didalam cangkang udang. Pada proses ini, cangkang udang diinteraksikan dengan larutan NaOH 3,5% dengan perbandingan perbandingan 1 : 10 (gram/mL). Proses selanjutnya adalah demineralisasi yang bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral atau senyawa anorganik. Terjadinya proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan terbentuknya gas CO_2 berupa gelembung-gelembung udara saat larutan HCl ditambahkan ke dalam sampel. Kandungan mineral yang terdapat dalam cangkang udang adalah CaCO_3 dan dalam jumlah sedikit terdapat $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Reaksi pemisahan mineral dengan HCl adalah sebagai berikut:

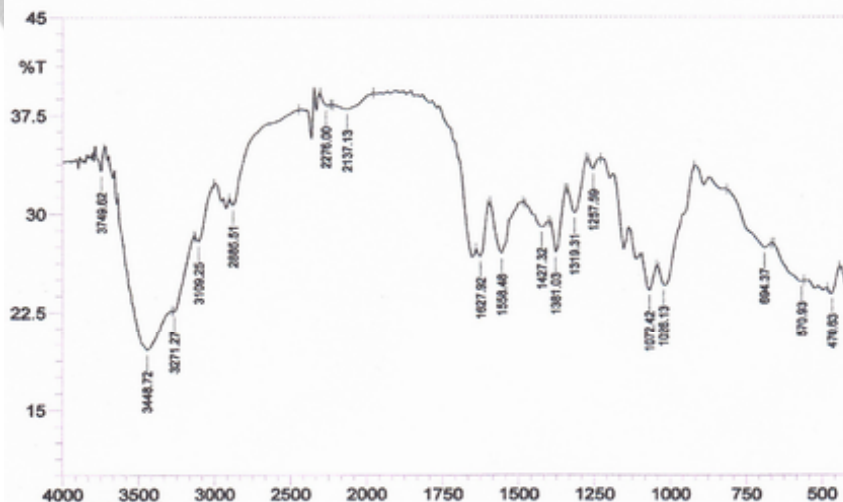


(Knorr dalam Pranowo, 2009)

Hasil proses demineralisasi dinamakan kitin. Kitin yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Identifikasi ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsional kitin untuk selanjutnya dibandingkan dengan spektra inframerah cangkang udang, perbandingan spektra hasil identifikasi gugus fungsional cangkang udang dan kitin dengan spektrofotometer inframerah dapat dilihat pada Gambar 4.3. dan Gambar 4.4.



Gambar 4.3. Spektra Inframerah Cangkang Udang



Gambar 4.4. Spektra Inframerah Kitin

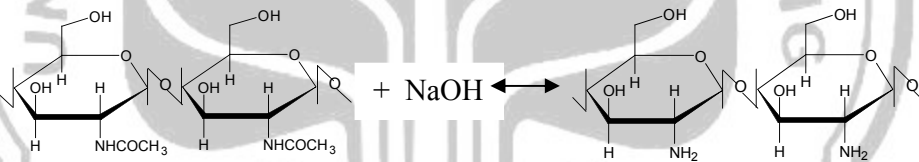
Hasil spektra inframerah cangkang udang dan kitin, menunjukkan pola yang hampir sama, karena kitin sendiri adalah penyusun dari cangkang udang. Spektra inframerah cangkang udang pada Gambar 4.3. pada bilangan gelombang $3433,29 \text{ cm}^{-1}$ memperlihatkan adanya vibrasi ulur gugus -OH , pada Gambar 4.4. pada kitin mengalami pergeseran pada $3448,72 \text{ cm}^{-1}$. Serapan pada bilangan gelombang $3294,42 \text{ cm}^{-1}$ pada cangkang udang mengalami pergeseran menjadi $3271,27 \text{ cm}^{-1}$ pada kitin, dan pada bilangan gelombang $3109,25 \text{ cm}^{-1}$ pada keduanya menunjukkan vibrasi ulur asimetris dan simetris gugus NH_2 dari asetamida. Pita serapan pada bilangan gelombang $2960\text{-}2850 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari vibrasi ulur gugus -CH_3 dan $\text{-CH}_2\text{-}$, sehingga serapan yang terdapat pada bilangan gelombang $2931,08 \text{ cm}^{-1}$ dan $2885,51 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan ulur gugus $\text{-CH}_2\text{-}$ dan -CH_3 . Keberadaan gugus -CH_3 yang terikat pada amida didukung oleh adanya serapan pada bilangan gelombang $1427,32 \text{ cm}^{-1}$. Pada kitin pita serapan di sekitar bilangan gelombang $1627,92 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan kemungkinan adanya vibrasi rentang C=O serta vibrasi N-H dari NH_2 . Pita serapan pada bilangan gelombang $1072,42 \text{ cm}^{-1}$ dan $1033,85 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari vibrasi ulur gugus -C-O . Adanya serapan pada bilangan gelombang 896 cm^{-1} menandakan masih adanya mineral silika pada kitin.

Kitin yang diperoleh selanjutnya dilakukan pengujian, dan didapatkan kadar nitrogen sebesar 5,46% dan derajat deasetilasi sebesar 79,97%. Derajat deasetilasi ditentukan dengan metode *Baseline* yaitu:

$$\text{DD} = 100 - [(A_{1627,8} / A_{3448,5}) \times 100 / 1,33]$$

Dimana : DD adalah derajat deasetilasi, $A_{1627,8}$ dan $A_{3448,5}$ adalah absorbansi dari gugus amida pada pita serapan $1627,8 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus hidroksil pada pita serapan $3448,5 \text{ cm}^{-1}$, dan faktor 1,33 merupakan rasio dari $A_{1627,8}/A_{3448,5}$ untuk kitin yang terdeasetilasi sempurna.

Proses pembuatan kitosan yaitu dengan perlakuan deasetilasi kitin. Deasetilasi bertujuan mengubah kitin menjadi kitosan dengan penghilangan gugus asetil. Proses ini dilakukan dengan menginteraksikan menggunakan larutan NaOH 50 % dengan perbandingan 1 : 10 (gram/mL). Deasetilasi adalah proses pengubahan gugus asetil menjadi gugus amina. Reaksi deasetilasi kitin pada dasarnya adalah suatu reaksi hidrolisis amida dari β -(1,4)-2-asetamido-2-deoksi-D-glukosamin dengan NaOH.

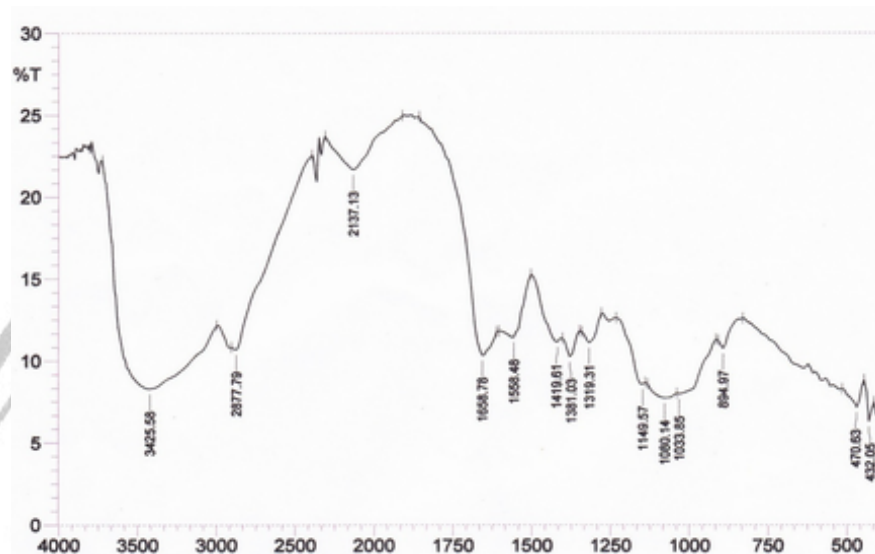


Gambar 14. Reaksi penghilangan gugus asetil pada kitin menjadi kitosan
Sumber: (<http://www.aapspharmstech.org>, diakses pada tanggal 10 Maret 2010)

Hasil proses deasetilasi, setelah dikeringkan diperoleh serbuk berwarna putih kecoklatan. Kitosan tersebut dilakukan pengujian, Hasil pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.1.

No.	Sifat Fisik	Kitosan (%)
1.	Derajat Deasetilasi	85,36
2.	Kadar N	8,21
3.	Kadar Abu	1,14

Kitosan yang diperoleh selanjutnya diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Spektra hasil identifikasi gugus fungsional kitosan diperlihatkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Spektra Inframerah Kitosan

Dari spektra yang dihasilkan terlihat adanya serapan pada bilangan gelombang $3425,58 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan dari gugus -OH . Serapan pada bilangan gelombang $2877,79 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan gugus C-H dari alkana yaitu menunjukkan vibrasi ulur gugus $\text{-CH}_2\text{-}$. Serapan khas kitosan terlihat pada bilangan gelombang $1627,92 \text{ cm}^{-1}$ dan $1658,782 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan getaran tekuk N-H yang menunjukkan keberadaan amina (-NH_2). Pita serapan pada bilangan gelombang $1080,14 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari vibrasi ulur gugus -C-O- . Serapan pada bilangan gelombang $894,97 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan masih adanya mineral silika pada kitosan. Masih adanya serapan pada $1419,61 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan gugus -CH_3 dari amida menunjukkan bahwa dalam kitosan masih terkandung kitin.

Berdasarkan interpretasi spektra FTIR kitosan di atas dapat disimpulkan bahwa kitosan hasil isolasi dari cangkang udang yang berasal dari pabrik pengupasan udang mengandung gugus fungsional -NH_2 dan -OH . sehingga kitosan yang diperoleh dapat digunakan untuk tahap penelitian selanjutnya.

4.1.3 Imobilisasi asam humat oleh kitosan dan karakteristiknya dengan spektroskopi FTIR.

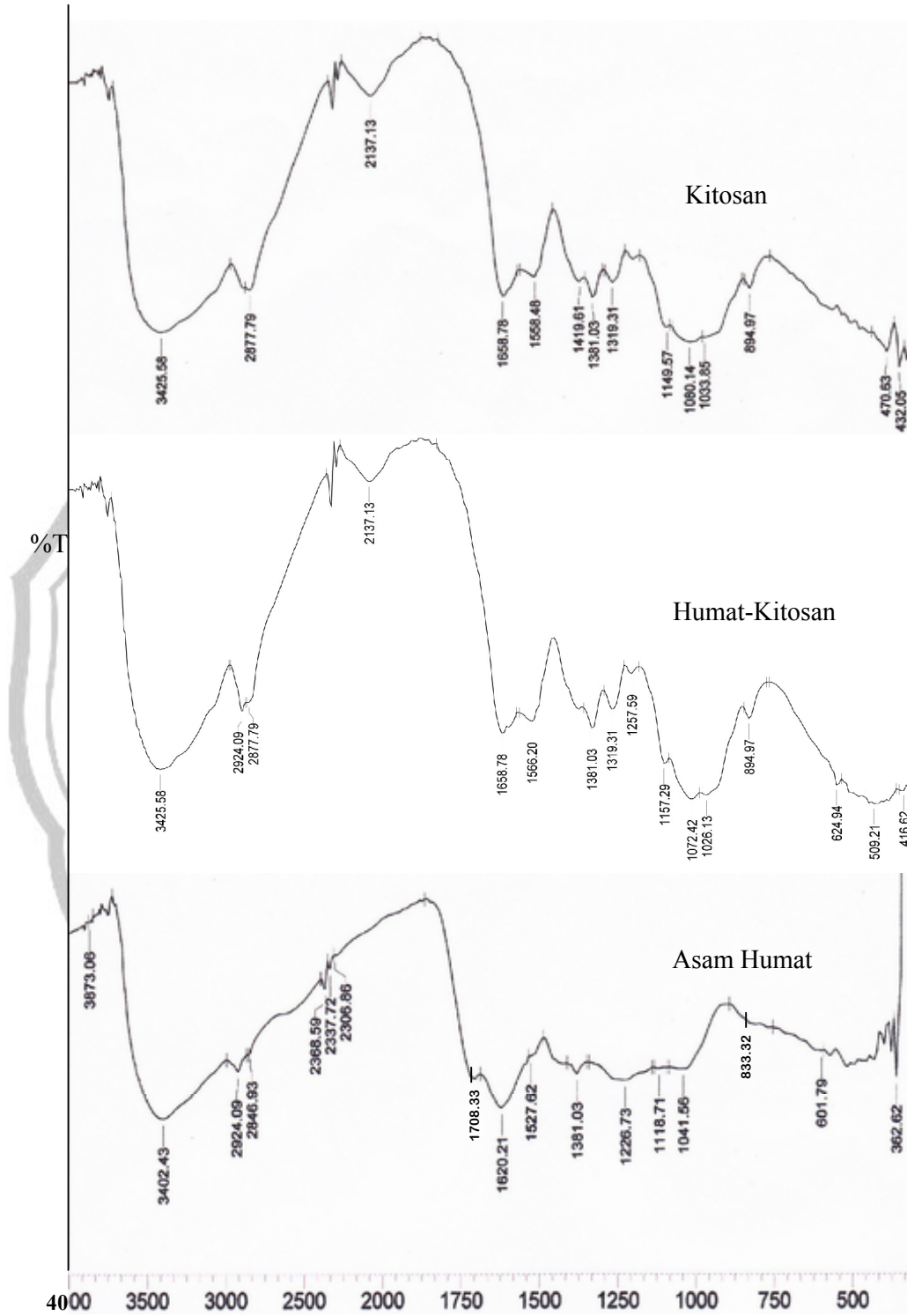
Imobilisasi asam humat oleh kitosan dilakukan dengan cara asam humat dilarutkan dalam basa dan kitosan dilarutkan dalam asam. Perbandingan volume dan konsentrasi larutan asam dan basa diatur sedemikian rupa sehingga diperoleh pH netral setelah dicampurkan, yaitu 1:10 dimana 2 g asam humat dilarutkan dalam 125 mL NaOH 0,5 M dan 20 g kitosan dilarutkan dalam 125 mL HCl 0,5 M.

Proses imobilisasi melibatkan gugus fungsional utama asam humat -COOH dan kitosan -NH_2 , dimana gugus fungsional utama kitosan yang diaktivasi dalam larutan asam akan mengalami protonasi menghasilkan muatan positif menjadi NH_3^+ dan gugus fungsional utama asam humat yang diaktivasi dalam basa akan terdeprotonasi menghasilkan muatan negatif menjadi -COO^- . Perbedaan muatan diantara kedua situs aktif tersebut memungkinkan terjadinya interaksi elektrostatik.

Imobilisasi asam humat pada permukaan kitosan membentuk senyawa humat-kitosan yang dapat menurunkan kelarutan asam humat pada pH tinggi. Permukaan kitosan bertindak sebagai penyangga molekul asam humat yang semula bentuknya tidak beraturan berubah menjadi linier

menyesuaikan dengan permukaan kitosan. Dengan demikian, situs aktif asam humat terimobilisasi menjadi lebih terbuka, sehingga kemampuan mengadsorpsi kation logam akan meningkat (Khoerunnisa, 2005). Disamping itu karena terjadinya interaksi elektrostatik gugus utama asam humat dan kitosan yaitu COO^- dan -NH_3^+ mungkin juga dapat terjadi penurunan kemampuan adsorpsi logam karena hanya tinggal gugus -OH alkoholat atau -OH fenolat yang berperan menyerap logam, dimana gugus-gugus tersebut tidak lebih reaktif dari gugus COO^- atau -NH_3 . Hal ini dapat dilihat dari harga kapasitas adsorpsi maksimum masing-masing adsorben, didapatkan harga kapasitas adsorpsi maksimum asam humat lebih besar daripada humat-kitosan hasil imobilisasi.

Asam humat yang telah diimobilisasi kemudian di karakterisasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Spektra hasil identifikasi gugus fungsional humat-kitosan diperlihatkan pada Gambar 4.7.



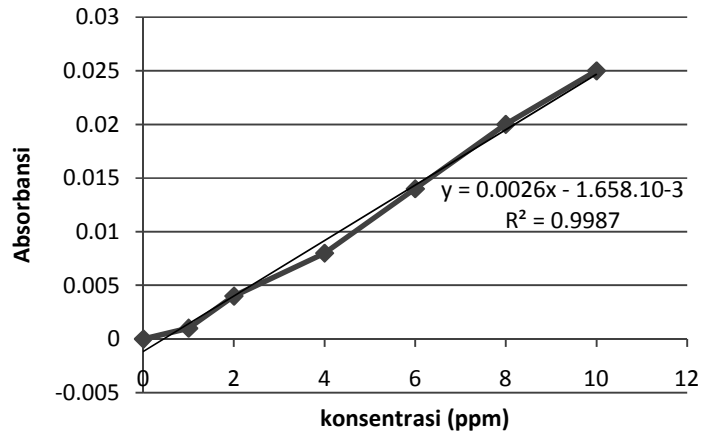
Gambar 4.7. Spektra Humat-Kitosan

Hasil spektra humat-kitosan pada bilangan gelombang $3425,58 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur O-H alifatik. Serapan pada bilangan gelombang $2877,79$ menunjukkan vibrasi ulur C-H dari CH_2 . Terbentuknya ikatan antara asam humat dan kitin pada spektra FTIR adsorben humat-kitosan dapat ditunjukkan dengan munculnya pita serapan pada bilangan $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi N-H serta serapan pada bilangan gelombang $1381,03 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur C-O dari COOH .

Hasil proses imobilisasi, setelah dikeringkan diperoleh serbuk berwarna cokelat kehitam-hitaman. Humat-Kitosan tersebut dilakukan pengujian, dan didapatkan kadar nitrogen sebesar 7,17% hal ini menandakan adanya ikatan yang terjadi antara asam humat dan kitosan pada proses imobilisasi ditandai dengan berkurangnya kadar nitrogen setelah proses imobilisasi yaitu sebesar 8,12% menjadi 7,17%.

4.2 Aplikasi Adsorben untuk Adsorpsi Ion Logam Fe(II).

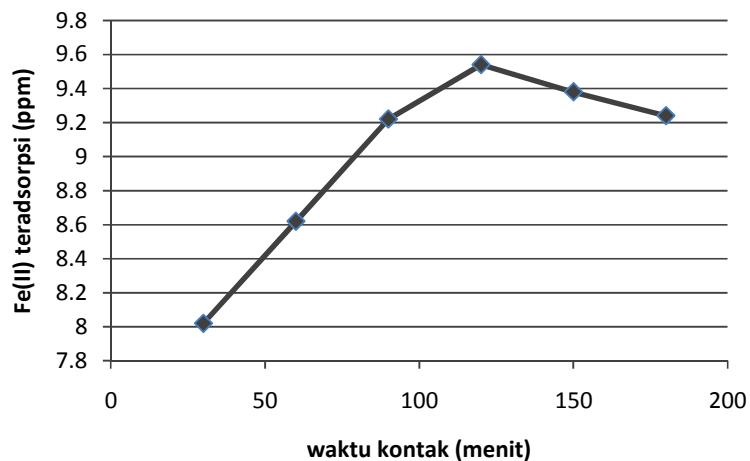
Langkah awal adalah membuat kurva kalibrasi larutan Fe(II). Kurva kalibrasi digunakan untuk mencari persamaan garis lurus yang akan digunakan untuk perhitungan kadar Fe(II). Cara membuat kurva kalibrasi adalah dengan mencari absorbansi dari berbagai larutan dengan konsentrasi 0,5, 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Kurva kalibrasi dilihat pada Grafik 4.1.



Grafik 4.1. Grafik Kurva Kalibrasi Standar Fe(II)

4.2.1 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Asam Humat.

Hasil pengukuran dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menunjukkan absorbansi optimum terjadi pada waktu kontak 120 menit. Ini berarti waktu kontak optimum asam humat terhadap proses adsorpsi ion logam Fe(II) tersebut adalah 120 menit, seperti ditunjukkan pada Grafik 4.2.

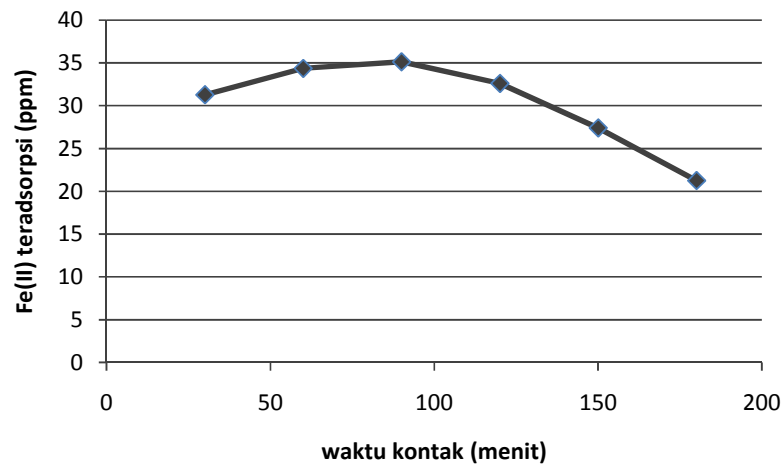


Grafik 4.2. Hubungan Waktu Kontak dengan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi pada Asam Humat.

Dari Grafik 4.2. terlihat bahwa grafik cenderung meningkat dengan meningkatnya waktu kontak. Semakin lama waktu kontak dalam proses adsorpsi ion logam Fe(II) oleh asam humat, maka Fe(II) yang teradsorpsi akan semakin banyak, banyaknya ion logam Fe(II) yang terserap ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan asam humat masih belum terlalu banyak yang berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan masih dapat berlangsung efektif. Adsorpsi optimum terjadi pada waktu kontak 120 menit, yaitu jumlah ion logam Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 9,54 ppm. Dari grafik didapatkan setelah waktu optimum 120 menit terjadi penurunan konsentrasi Fe(II). Hal tersebut mungkin terjadi karena asam humat telah berada dalam kondisi jenuh sehingga asam humat tersebut tidak dapat lagi menyerap ion logam Fe(II), bahkan ada yang dilepaskan kembali, hal ini dimungkinkan adanya fenomena fisisorpsi karena ikatannya tidak kuat.

4.2.2 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Kitosan.

Hasil pengukuran dengan SSA menunjukkan absorbansi optimum terjadi pada waktu 90 menit. Ini berarti waktu kontak optimum kitosan terhadap proses adsorpsi ion logam Fe(II) tersebut adalah 90 menit, seperti ditunjukkan pada Gambar 4.3. dengan jumlah ion logam Fe(III) yang teradsorpsi sebesar 35,88 ppm.

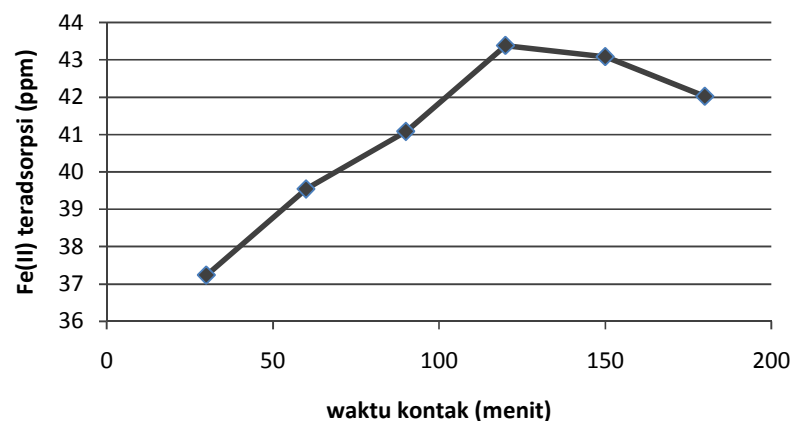


Grafik 4.3. Hubungan Waktu Kontak dengan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi pada Kitosan.

Dari Grafik 4.3. terlihat bahwa grafik cenderung meningkat dengan meningkatnya waktu kontak. Semakin lama waktu kontak dalam proses adsorpsi ion logam Fe(II) oleh kitosan, maka Fe(II) yang teradsorpsi akan semakin banyak, banyaknya ion logam Fe(II) yang terserap ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan kitosan masih belum terlalu banyak yang berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan masih dapat berlangsung efektif. Adsorpsi optimum terjadi pada waktu kontak 90 menit, yaitu jumlah ion logam Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 35,14 ppm. Dari grafik didapatkan setelah waktu optimum 90 menit terjadi penurunan konsentrasi Fe(II). Hal tersebut mungkin terjadi karena kitosan telah berada dalam kondisi jenuh sehingga kitosan tersebut tidak dapat lagi menyerap ion logam Fe(II), bahkan ada yang dilepaskan kembali, hal ini dimungkinkan adanya fenomena fisisorpsi karena ikatannya tidak kuat.

4.2.3 Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Humat-Kitosan.

Hasil pengukuran dengan SSA menunjukkan absorpsi optimum terjadi pada waktu 120 menit. Ini berarti waktu kontak optimum asam humat terhadap proses adsorpsi ion logam Fe(II) tersebut adalah 120 menit, seperti ditunjukkan pada Grafik 4.4. dengan jumlah ion logam Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 44,12 ppm.



Grafik 4.4. Hubungan Waktu Kontak dengan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi pada Humat-Kitosan.

Dari Grafik 4.4. terlihat bahwa grafik cenderung meningkat dengan meningkatnya waktu kontak. Semakin lama waktu kontak dalam proses adsorpsi ion logam Fe(II) oleh humat-kitosan, maka Fe(II) yang teradsorpsi akan semakin banyak, banyaknya ion logam Fe(II) yang terserap ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan humat-kitosan masih belum terlalu banyak yang berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan masih dapat berlangsung efektif. Adsorpsi optimum terjadi pada waktu kontak 120 menit, yaitu jumlah ion logam Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 43,38 ppm. Dari grafik didapatkan setelah

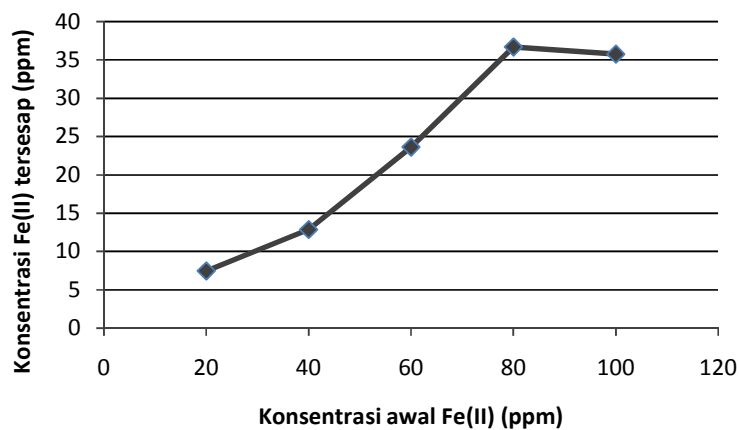
waktu optimum 120 menit terjadi penurunan konsentrasi Fe(II). Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena humat-kitosan telah berada dalam kondisi jenuh sehingga humat-kitosan tersebut tidak dapat lagi menyerap ion logam Fe(II). Walaupun dari perhitungan energi adsorpsi menunjukkan adsorpsi kimia, tetapi masih dimungkinkan adanya adsorpsi fisika sehingga ikatannya tidak kuat dan ion Fe(II) dilepaskan kembali, sampai pada saatnya waktu kesetimbangan.

Berdasarkan pengamatan hasil penelitian variasi waktu kontak adsorben, bahwa adsorben hasil imobilisasi humat-kitosan memberikan absorbansi besar pada proses adsorpsi ion logam Fe(II) walaupun tidak begitu jauh dari yang dihasilkan oleh kitosan, hal ini menandakan bahwa situs aktif asam humat terimobilisasi menjadi lebih terbuka karena adanya permukaan kitosan yang bertindak sebagai penyangga molekul asam humat yang semula bentuknya tidak beraturan menjadi linier menyesuaikan dengan permukaan kitosan, sehingga kemampuan mengadsorpsi kation logam meningkat.

4.2.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Asam Humat.

Hasil pengukuran dengan SSA menunjukkan absorbansi optimum terjadi pada konsentrasi 80 ppm dengan konsentrasi akhir Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 36,68 ppm. Berdasarkan pola grafik pada Grafik 4.5. dapat diamati bahwa secara umum semakin besar konsentrasi awal larutan Fe(II) sebagai adsorbat yang ditambahkan dalam larutan dengan berat asam humat yang tetap akan meningkatkan daya serap asam humat terhadap ion logam Fe(II). Apabila konsentrasi ion logam Fe(II) bertambah maka beban asam humat sebagai

adsorben untuk mengikat ion logam Fe(II) juga bertambah sehingga semakin banyak ion logam Fe(II) yang terikat. Hal ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan asam humat masih belum terlalu banyak berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan dapat berlangsung efektif. Dari grafik didapat setelah konsentrasi optimum 80 ppm penyerapan yang terjadi sedikit menurun atau cenderung konstan, pada kondisi ini telah tercapai kesetimbangan antara konsentrasi ion logam Fe(II) dalam asam humat dengan lingkungannya.

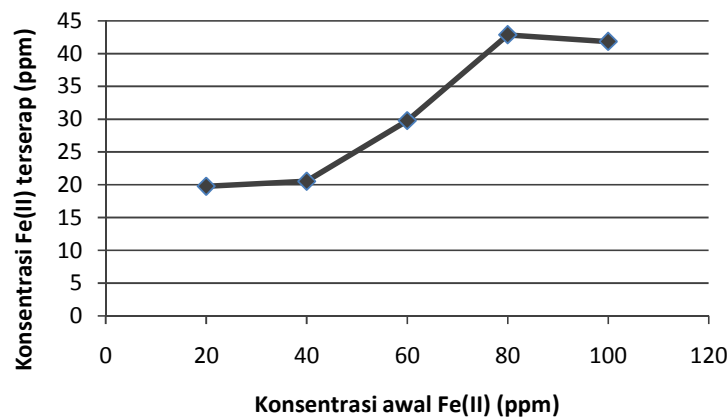


Grafik 4.5. Hubungan Konsentrasi awal Fe(II) dengan Konsentrasi Fe(II) terserap pada Asam Humat.

4.2.5 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Kitosan.

Hasil pengukuran dengan SSA menunjukkan absorbansi optimum terjadi pada konsentrasi 80 ppm dengan konsentrasi akhir Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 42,84 ppm. Berdasarkan pola grafik pada Grafik 4.6. dapat diamati bahwa secara umum semakin besar konsentrasi awal larutan Fe(II) sebagai adsorbat yang ditambahkan dalam larutan dengan berat kitosan yang tetap akan meningkatkan

daya serap kitosan terhadap ion logam Fe(II). Apabila konsentrasi ion logam Fe(II) bertambah maka beban kitosan sebagai adsorben untuk mengikat ion logam Fe(II) juga bertambah sehingga semakin banyak ion logam Fe(II) yang terikat. Hal ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan kitosan masih belum terlalu banyak berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan dapat berlangsung efektif. Dari grafik didapat setelah konsentrasi optimum 80 ppm penyerapan yang terjadi sedikit menurun atau cenderung konstan, pada kondisi ini telah tercapai kesetimbangan antara konsentrasi ion logam Fe(II) dalam kitosan dengan lingkungannya.

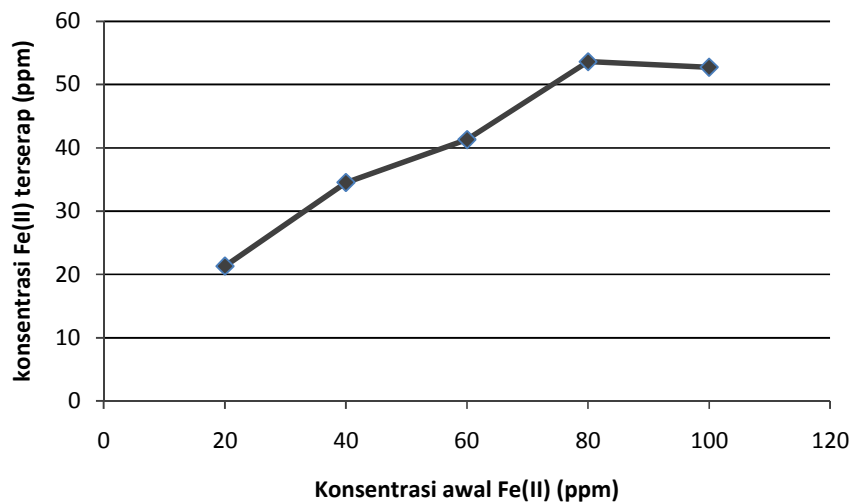


Grafik 4.6. Hubungan Konsentrasi awal Fe(II) dengan Konsentrasi Fe(II) terserap pada Kitosan.

4.2.6 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Humat-Kitosan.

Hasil pengukuran dengan SSA menunjukkan absorbansi optimum terjadi pada konsentrasi 80 ppm dengan konsentrasi akhir Fe(II) yang teradsorpsi sebesar 53,6 ppm. Berdasarkan pola grafik pada Grafik 4.7. dapat diamati bahwa secara

umum semakin besar konsentrasi awal larutan Fe(II) sebagai adsorbat yang ditambahkan dalam larutan dengan berat humat-kitosan yang tetap akan meningkatkan daya serap humat-kitosan terhadap ion logam Fe(II). Apabila konsentrasi ion logam Fe(II) bertambah maka beban asam humat sebagai adsorben untuk mengikat ion logam Fe(II) juga bertambah sehingga semakin banyak ion logam Fe(II) yang terikat. Hal ini terjadi karena pada awal penyerapan, permukaan humat-kitosan masih belum terlalu banyak berikatan dengan ion logam Fe(II) sehingga proses penyerapan dapat berlangsung efektif. Dari grafik didapat setelah konsentrasi optimum 80 ppm penyerapan yang terjadi sedikit menurun atau cenderung konstan, pada kondisi ini telah tercapai kesetimbangan antara konsentrasi ion logam Fe(II) dalam humat-kitosan dengan lingkungannya.



Grafik 4.7. Hubungan Konsentrasi awal Fe(II) dengan Konsentrasi Fe(II) terserap pada Humat-Kitosan.

4.3 Kapasitas dan Energi Adsorpsi Fe(II).

Penetapan persamaan isoterm dilakukan dengan metode isoterm Langmuir, digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi Fe(II) pada adsorben (asam humat, kitosan, dan humat-kitosan).

$$\text{Persamaan Langmuir: } \frac{c}{m} = \frac{l}{bK} + \frac{c}{b}$$

Pada persamaan Langmuir harga kapasitas adsorpsi ditentukan dari slope grafik (1/b), sedangkan besarnya energi adsorpsi ditentukan secara tidak langsung dengan menghitung harga K dari intersep grafik. Selanjutnya harga energi adsorpsi dapat dihitung dari harga K menurut persamaan:

$$E_{\text{ads}} = RT \ln K$$

Harga perhitungan kapasitas adsorpsi (b), konstanta kesetimbangan (K) dan energi (E) adsorpsi dengan menggunakan persamaan isoterm, ditunjukkan pada Tabel 4.2. dan perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 1.

Tabel 4.2. Harga kapasitas adsorpsi (b), konstanta kesetimbangan (K) dan energi adsorpsi (E) menggunakan persamaan isoterm Langmuir.

Adsorben	Isoterm Langmuir		
	b (mg/g)	K	E (kJ/mol)
Asam Humat	144,25	72,05	10,67
Kitosan	45,71	207,77	13,24
Humat-Kitosan	53,90	24738,09	25,23

Berdasarkan hasil penelitian data adsorpsi Fe(II) menunjukkan bahwa adsorben asam humat mempunyai kapasitas adsorpsi paling besar tetapi energinya paling kecil, dan hal ini menandakan asam humat berinteraksi dengan logam secara fisika atau fisisorpsi karena energi yang dihasilkan kurang dari 20 kJ/mol. Menurut Jin dkk dalam Rahmawati (2004), rendahnya energi adsorpsi ini dapat

diakibatkan oleh mekanisme pengikat ion logam pada asam humat bersifat kompleks akibat banyaknya jenis gugus fungsional asam humat yang dapat mengikat ion logam dan memiliki reaktivitas yang berbeda. Kitosan berinteraksi dengan logam secara fisika atau fisisorpsi. Humat-kitosan berinteraksi secara kimia atau kimisorpsi karena energi yang dihasilkan lebih besar dari 20 kJ/mol. Humat-kitosan mempunyai harga kapasitas adsorpsi maksimum lebih kecil daripada asam humat, hal ini terjadi karena adanya interaksi elektrostatik gugus utama asam humat dan kitosan yaitu $-\text{COO}^-$ dan $-\text{NH}_3^+$ karena hanya tinggal gugus $-\text{OH}$ alkoholat atau $-\text{OH}$ fenolat yang berperan menyerap logam, dimana gugus-gugus tersebut tidak lebih reaktif dari gugus $-\text{COO}^-$ atau $-\text{NH}_3$.

Dari hasil penelitian dapat diketahui urutan kemampuan kapasitas adsorpsi dari yang tertinggi sampai terendah berturut-turut adalah: asam humat, humat-kitosan dan kitosan, sedangkan untuk energi adsorpsi adalah: humat-kitosan, kitosan dan asam humat. Peran kitosan sebagai imobilisator asam humat tidak meningkatkan kemampuan adsorpsi logam Fe(II) tetapi menurunkan kemampuan adsorpsi logam Fe(II) dibandingkan dengan asam humat sendiri, karena gugus aktif asam humat ($-\text{COO}^-$) dan kitosan (NH_3^+) sudah saling terikat.

BAB V

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Pada asam humat waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Fe(II) adalah 120 menit dan konsentrasi penyerapan optimumnya adalah 80 ppm.
2. Pada kitosan waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Fe(II) adalah 90 menit dan konsentrasi penyerapan optimumnya adalah 80 ppm.
3. Pada humat-kitosan waktu kontak optimum adsorpsi ion logam Fe(II) adalah 120 menit dan konsentrasi penyerapan optimumnya adalah 80 ppm.
4. Hasil spektra humat-kitosan pada bilangan gelombang $3425,58 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur O-H alifatik. Serapan pada bilangan gelombang $2877,79$ menunjukkan vibrasi ulur C-H dari CH_2 . Terbentuknya ikatan antara asam humat dan kitosan pada spektra FTIR adsorben humat-kitosan dapat ditunjukkan dengan munculnya pita serapan pada bilangan $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi N-H serta serapan pada bilangan gelombang $1381,03 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur C-O dari COOH.
5. Kapasitas dan energi adsorpsi Fe(II) pada masing-masing adsorben dengan menggunakan isoterm Langmuir yaitu asam humat sebesar

144,25 mg/g dan 10,67 kJ/mol termasuk fisisorpsi, kitosan 45,71 mg/g dan 13,24 kJ/mol termasuk fisisorpsi dan humat-kitosan sebesar 53,90 mg/g dan 25,23 kJ/mol termasuk kemisorpsi.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang variasi bobot adsorben dan variasi pH larutan agar diketahui kondisi optimum imobilisasi asam humat oleh kitosan.
2. Perlu dilakukan karakteristik lebih lanjut hasil imobilisasi.



DAFTAR PUSTAKA

- Agus, F. dan I.G. M. Subiksa. 2008. *Lahan Gambut: Potensi untuk Pertanian dan Aspek Lingkungan*. Bogor: Balai Penelitian Tanah dan World Agroforestry Centre (ICRAF).
- Aiken, G.R., McKnight, D.M., Wershaw, R.L., dan P. MacCarthy, P. 1985. *Humic Substance in Soil, Sediment and Water: Geochemistry, Isolation, and Characterization*. New York: John Wiley & Sons.
- Alberty, R.A. dan Daniels, F. 1983. *Physical Chemistry*. New York : John Willey & Sons.
- Alimin, Narsito, Sri Juari S, dan Sri Noegrohati. 2005. Fraksinasi Asam Humat dan Pengaruhnya pada Kelarutan Ion Logam Seng (II) dan Kadmium (II): *Jurnal Ilmu Dasar*. 6/1: 1-9
- Anonim. 2009. What is FT-IR?. (<http://www.nuance.northwestern.edu>). Diakses pada tanggal 22 Maret 2010: 17:15)
- Atkins, P. W. 1997. *Kimia Fisika* (Alih bahasa: Dra. Irma I. K). Jakarta : Erlangga
- Bahl, B.S, Tuli, G.D, dan Bahl, A. 2004. *Essential of Physical Chemistry*. New Delhi: Ram Nagar.
- Basmal, Jamal, Agung Prasetyo, dan Yunahara Farida. 2007. Pengaruh Suhu Eterifikasi Terhadap Kualitas dan Kuantitas Kitosan Larut Air yang Dibuat dari Cangkang Rajungan. *Jurnal Pascapanen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*. 2/2: 99-106
- Bastaman, S. 1989. *Studies on degradation and extraction of chitin and chitosan from prawn shells*. England : The Queen's University of Belfast
- Bhumkar, Devika R, dan Varsha B. Pokharkar. 2006. Studies on Effect of pH on Cross-linking of Chitosan With Sodium Tripolyphosphate: A Technical Note. (www.aapspharmcitech.org). Diunduh pada tanggal 10 Maret 2010; 14:54.
- Castelan, G.W. 1983. *Physical Chemistry*. London: Addison Wesley Publishing Company.
- Christiani, Dany. 2008. *Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Ion Logam Zn (II) dan Cd (II) pada Asam Humat dengan Metode Spektrofotometri Serapam Atom (SSA)*. Skripsi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Freedman, B. 1995. *Environmental Ecology*, 2nd e. London: Academic Press.

- Hendayana, Sumar. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Jakarta: Erlangga
- Herviayanti, Teguh Budi P, dan Fachri Ahmad. 2006. Penyipatan Asam Humat dari Tanah Gambut dan Potensinya dalam Mengikat Besi (Fe) Meracun pada Sawah Bukaan Baru. *Jurnal Akta Agrosia*. 9/2: 94-101
- Khoerunisa, Fitri. 2005. *Kajian Adsorpsi dan Desorpsi $Ag(S_2O_3)_2^{3-}$ dalam Limbah Fotografi pada dan dari Adsorben Kitin dan Humat Terimobilisasi pada Kitin*. Tesis. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Bombay: Analytical Laboratory Department of Chemistry Indian Institute of Technology Bombay
- Leckie, J.O, James, R.O. 1974. *Control Mecanism For Trace Metal in Nature Water*, in; A.J. Rubin (Ed), *Aqueus-Environmental Chemistry of Metal*, Ann Arbor: Michigan.
- Lutfia, Novita. 2009. *Pemanfaatan Zeolit Alam Teraktivasi Untuk Menurunkan Kadar Fe(II) Dan Mn(III) Pada Air Sumur Gali Di Lingkungan Industri Tekstil*. Skripsi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Mardiah, Agus Widodo, dan Andy Prasetyo. 2006. *Potensi Kitosan Dari Sisa Udang Sebagai Koagulan Logam Berat Limbah Cair Industri Tekstil*. Surabaya: ITS
- Marganof. 2003. *Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan*. Makalah Pribadi. IPB
- Mulyono, HAM. 2001. *Kamus Kimia untuk Siswa dan Mahasiswa Sains dan Teknologi*. Bandung : PT Ganesindo
- Noor, Y.R. dan J. Heyde. 2007. *Pengelolaan Lahan Gambut Berbasis Masyarakat di Indonesia*. Proyek *Climate Change, Forests and Peatlands in Indonesia*. Bogor: Wetlands International – Indonesia Programme dan Wildlife Habitat Canada.
- Palar, Heryando. 1994. *Pencemaran dan Toksisitas /Logam Berat*. Jakarta: PT.Rineka Cipta.
- Pine, Stanley H, James B.H. Donald J.C, dan George S.H. 1988. *Kimia Organik I*. Edisi ke-4. Bandung: ITB
- Pranowo, Surya. 2009. *Desalinasi Ion Na^+ Dalam Air Laut Dengan Menggunakan Adsorben Kitosan dari Cangkang Rajungan (Portunus Pelagicus)*. Skripsi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

- Rahmawati, Atik. 2004. *Studi Adsorpsi Kadmium (II) dan Timbal (II) pada Asam Humat*. Tesis. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Rahmanto, W.H, Sri Juari S, Siti Sundari, dan Sri Sudiono. 2006. A New Type of Adsorbent Based on the Immobilization of Humic Acid on Chitin and Its Application to Adsorb Cu(II). *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology*. 4: 46-52
- Santosa, Sri Juari, Sri Sudiono, dan Sri Sujandi. 2006. Peat Soil Humic Acid Immobilization on Silica Gel and Its Application as an Adsorbent for the Selective Adsorption of Copper. *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology*. 4:602-608
- Schnitzer, M. 1986. *Peningkatan Bahan Humat oleh Koloid Mineral Tanah*, (Dalam Huang, P.M, dan Schnitzer, M. 1986. *Interaksi Mineral Tanah dengan Organik Alami dan Mikroba*. Terjemahan: Goenadi, D.H. 1997). Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Sehol, M. 2004. *Imobilisasi Asam Humat Pada Kitin dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Cr (III)*. Tesis. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Sehol, Muhamad. 2008. *Pemanfaatan cangkang Kepiting (Portunus Pelagicus Linn) sebagai Bahan Dasar Adsorben Selektif Logam Cu(II), Cd(II), Ni(II), dan Zn(II) dalam Medium Air Laut*. Disertasi. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Setyowati, Dwi dan Ita Ulfin. 2007. Optimasi Kondisi Penyerapan Ion Aluminium Oleh Asam Humat. *Jurnal Akta Kimindo*. 2/2: 85-92
- Stevenson, F., J., dan K. M. Goh, 1972. *Infrared Spectra of Humic and Fulvic acids and Their Methylated derivatives, evidence for Nonspecificity of Analytical methods for Oxygen-containing functional groups*. Soil Sci. 113:334-345.
- Stevenson, F. J. dan K. M. Goh. 1972. *Infrared Spectra of Humic and Fulvic acids and Their Methylated derivatives, evidence for Nonspecificity of Analytical methods for Oxygen-containing functional groups*. Soil Sci. 113:334-345.
- Stevenson, F.J. 1994. *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reaction*. John Wiley & Sons Inc: New York.
- Stumm, W, Morgan, J.J. 1981. *Aquatic Chemistry*. 3rd Edition. John Wiley and Sons inc: New York.

- Sudarmadji, Bambang Haryono dan Suhardi. 1997. *Prosedur Analisa Untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: UGM
- Sugiyarto, Kristian H. 2003. *Common Textbook Kimia Anorganik II*. Yogyakarta: Jurusan Kimia FMIPA UNY.
- Sujandi, 2002. *Impregnasi Asam Humat pada Silika Gel dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Tembaga (II) dan Kalsium (II)*. Skripsi. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada
- Tan, K.H. 1998. *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Thermo Nicolet. 2008. Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry.(www.thermonicolet.com). Diunduh pada tanggal 22 Maret 2010; 17:10.
- Toharisman, Aris. 2007. *Peluang Pemanfaatan Enzim Kitinase Di Industri Gula*. P3GT.
- Vogel. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makkro dan Semimakro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka
- Weber, Jerzy. Properties of Humic Substances. (www.karnet.up.wroc.pl/~weber/humic.htm). Diakses pada tanggal 10 Maret 2010; 11:05.
- Wittmann, G.T.W. 1979. *Toxic Metal* (Dalam U. Forstner dan G.T.W Wittmann) (Eds). *Metal Pollution in Aquatic Environment*, Springer-Verlag: Berlin.
- Yuliusman dan Ameria. 2009. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. Prosiding Vol 1. Bandung: ITKI

LAMPIRAN 1. Perhitungan Hasil Penelitian

a. Tabel Karakteristik Asam Humat

No.	Sifat Fisik	Asam Humat (%)
1.	Kadar Abu	30,47

b. Tabel Karakteristik Kitosan

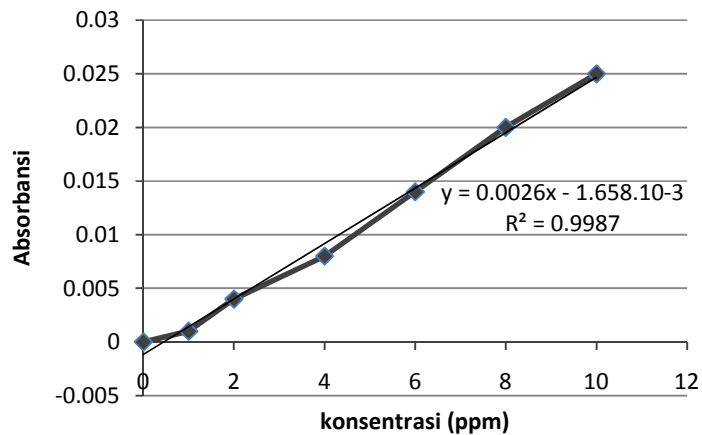
No.	Sifat Fisik	Kitosan (%)
1.	Derajat Deasetilasi	85,36
2.	Kadar N	8,21
3.	Kadar Abu	1,14

c. Tabel Karakteristik Asam Humat-Kitosan

No.	Sifat Fisik	As.Humat-Kitosan (%)
1.	Kadar N	7,17

d. Tabel Pembuatan kurva kalibrasi Fe (II)

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0,5	0
2.	1	0,001
3.	2	0,004
5.	4	0,008
6.	6	0,014
7.	8	0,020
8.	10	0,025



Grafik 1. Kurva kalibrasi Fe(II)

e. Data perhitungan penentuan waktu kontak optimum Fe(II) teradsorpsi pada asam humat (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; konsentrasi awal 59,26 mg/L (A= 0,0176); pengenceran 8x)

waktu kontak	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)			Teradsorpsi %
		Awal	Sisa	Teradsorpsi	
30'	0,0150	59,26	51,24	8,02	13,53
60'	0,0148	59,26	50,64	8,62	14,55
90'	0,0146	59,26	50,04	9,22	15,56
120'	0,0145	59,26	49,72	9,54	16,10
150'	0,0146	59,26	49,88	9,38	15,83
180'	0,0147	59,26	50,02	9,24	15,59

f. Data perhitungan penentuan waktu kontak optimum Fe(II) teradsorpsi pada kitosan (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; konsentrasi awal 59,26 mg/L ; pengenceran 4x)

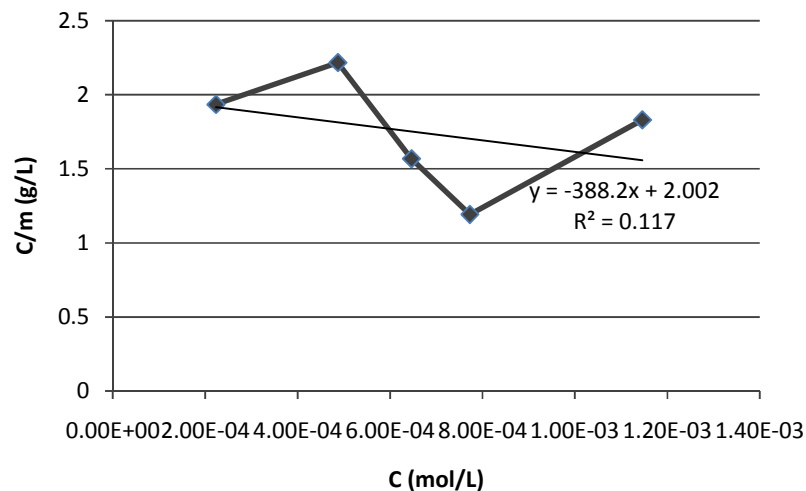
waktu kontak	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)			Teradsorpsi %
		Awal	Sisa	Teradsorpsi	
30'	0,0165	59,26	27,98	31,28	52,78
60'	0,0145	59,26	24,90	34,36	57,98
90'	0,0140	59,26	24,12	35,14	59,30
120'	0,0156	59,26	26,66	32,60	55,01
150'	0,0195	59,26	32,60	27,40	44,99
180'	0,0230	59,26	38,00	21,26	35,86

g. Data perhitungan penentuan waktu kontak optimum Fe(II) teradsorpsi pada Humat-Kitosan (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; konsentrasi awal 59,26 mg/L ; pengenceran 4x)

waktu kontak	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)			Teradsorpsi %
		Awal	Sisa	Teradsorpsi	
30'	0,0126	59,26	22,02	37,24	62,84
60'	0,0111	59,26	19,72	39,54	66,72
90'	0,0102	59,26	18,18	41,08	69,32
120'	0,0086	59,26	15,88	43,38	73,20
150'	0,0088	59,26	16,18	43,08	72,70
180'	0,0095	59,26	17,24	42,02	70,91

h. Data perhitungan penentuan konsentrasi optimum Fe(II) teradsorpsi pada Asam Humat (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; pengenceran 8x)

Konsentrasi (ppm)	Abs	Konsentrasi (ppm)			x/m (mg/g)	C(mol/L) 10^{-4}	m(mol/g) 10^{-4}	C/m (gram/L)
		Awal	Sisa	Teradsorpsi				
20	0,0024	18,95	12,49	6,46	6,46	2,2304	1,1536	1,9334
40	0,0072	39,56	27,26	12,30	12,30	4,8679	2,1964	2,2163
60	0,0101	59,26	36,18	23,08	23,08	6,4607	4,1214	1,5676
80	0,0124	79,56	43,26	36,30	36,30	7,7250	6,4821	1,1917
100	0,0192	99,25	64,18	35,07	35,07	11,460	6,2625	1,8299



Grafik 2. Grafik linieritas Langmuir

Persamaan langmuir

$$\frac{c}{m} = \frac{1}{b k} + \frac{1}{b} c$$

Dari data diatas bila dibuat kurva hubungan antara C_{eq} vs c/m maka akan didapatkan persamaann garis lurus sebagai berikut :

$$Y = -388,2 x + 2,002$$

$$Slope = \frac{1}{b} = 388,2$$

$$b = \frac{1}{388,2}$$

$$= 2,5760 \cdot 10^{-3} \text{ mol/g} \times 56 \times 1000 \text{ mg/g}$$

$$= 144,25 \text{ mg/g}$$

$$\text{Intersep} = \frac{1}{b k} = 2,002$$

$$\frac{1}{k} \times 144,25 = 2,002$$

$$K = 72,0529$$

$$\text{Ln } K = 4,2774$$

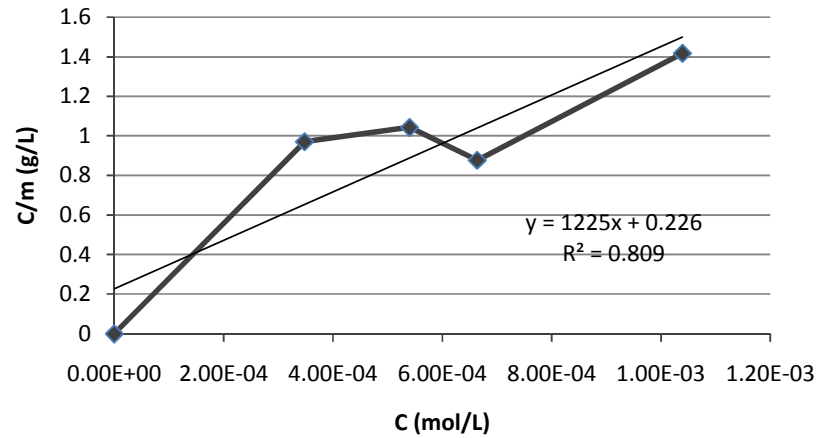
$$E = RT \text{Ln } K$$

$$= 8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1} \times 300^0 \text{K} \times 4,2774 = 10668,69 \text{ Jmol}^{-1}$$

$$= 10,67 \text{ kJ mol}^{-1}$$

i. Data perhitungan penentuan konsentrasi optimum Fe(II) teradsorpsi pada Kitosan (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; pengenceran 8x)

Konsentrasi (ppm)	Abs	Konsentrasi (ppm)			x/m (mg/g)	C(mol/L) 10^{-4}	m(mol/g) 10^{-4}	C/m (gram/L)
		Awal	Sisa	Teradsorpsi				
20	0	18,95	0	18,95	18,95	0	3,3839	0
40	0.0047	39,56	19,48	20,08	20,08	3,4786	3,5857	0,9701
60	0.0082	59,26	30,24	29,02	29,02	5,4000	5,1821	1,0420
80	0.0104	79,56	37,16	42,40	42,40	6,6357	7,5714	0,8764
100	0.0173	99,25	58,18	41,07	41,07	10,389	7,3339	1,4166



Grafik 4. Grafik linieritas Langmuir

Persamaan langmuir

$$\frac{c}{m} = \frac{1}{b k} + \frac{1}{b} c$$

Dari data diatas bila dibuat kurva hubungan antara C_{eq} vs c/m maka akan didapatkan persamaann garis lurus sebagai berikut :

$$Y = 1225 x + 0,226$$

$$Slope = \frac{1}{b} = 1225$$

$$b = \frac{1}{1225}$$

$$= 8,1632 \times 10^{-4} \text{ mol/g} \times 56 \times 1000 \text{ mg/g}$$

$$= 45,71 \text{ mg/g}$$

$$\text{Intersep} = \frac{1}{b k} = 0,226$$

$$\frac{1}{k} \times 45,71 = 0,226$$

$$K = 202,28$$

$$\text{Ln } K = 5,3096$$

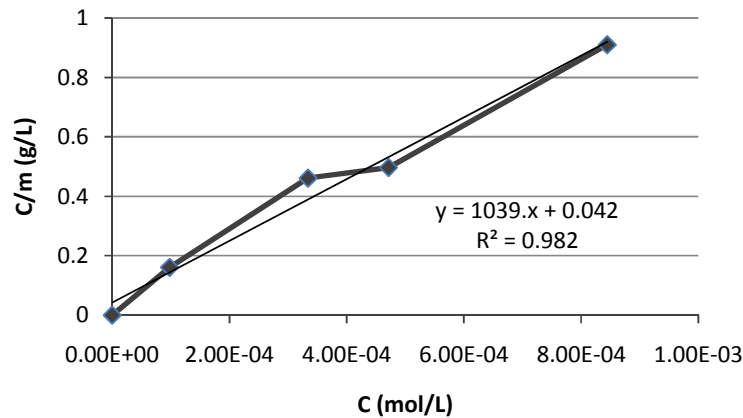
$$E = RT \text{ Ln } K$$

$$= 8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1} \times 300^{\circ}\text{K} \times 5,3096 = 13243,28 \text{ Jmol}^{-1}$$

$$= 13,24 \text{ kJ mol}^{-1}$$

j. Data perhitungan penentuan konsentrasi optimum Fe(II) teradsorpsi pada Humat-Kitosan (50 ml ; 0,05 gram adsorben ; pengenceran 8x)

Konsentrasi (ppm)	Abs	Konsentrasi (ppm)			x/m (mg/g)	C(mol/L) 10^{-4}	M (mol/g) 10^{-4}	C/m (gram/L)
		Awal	Sisa	Teradsorpsi				
20	0	18,95	0	18,95	18,95	0	3,3839	0
40	0,0001	39,56	5,48	34,08	34,08	0,9786	6,0857	0,1608
60	0,0044	59,26	18,70	40,56	40,56	3,3393	7,2429	0,4610
80	0,0069	79,56	26,40	53,16	53,16	4,7143	9,4929	0,4966
100	0,0137	99,25	47,28	51,97	51,97	8,4429	9,2804	0,9098



Grafik 6. Grafik linieritas Langmuir

Persamaan langmuir

$$\frac{c}{m} = \frac{1}{b} + \frac{1}{k}c$$

Dari data diatas bila dibuat kurva hubungan antara C_{eq} vs c/m maka akan didapatkan persamaann garis lurus sebagai berikut :

$$Y = 1039 x + 0,042$$

$$Slope = \frac{1}{b} = 1039$$

$$b = \frac{1}{1039}$$

$$= 9,6246 \cdot 10^{-4} \text{ mol/g} \times 56 \times 1000 \text{ mg/g}$$

$$= 53,90 \text{ mg/g}$$

$$Intersep = \frac{1}{b k} = 0,042$$

$$\frac{1}{k} \times 1039 = 0,042$$

$$K = 24738,09$$

$$\ln K = 10,1161$$

$$E = RT \ln K$$

$$= 8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1} \times 300 \text{ K} \times 10,1161 = 25231,58 \text{ Jmol}^{-1}$$

$$= 25,23 \text{ kJ mol}^{-1}$$

Contoh perhitungan

a. Jumlah zat yang teradsorpsi (x/m)

$$\text{Massa adsorben} = 0,05 \text{ gram}$$

$$\text{Konsentrasi awal Fe}^{2+} = 20 \text{ mg/L} = 18,95 \text{ mg/L}$$

$$\text{Volume larutan Fe}^{2+} = 50 \text{ mL} = 0,05 \text{ L}$$

$$\text{Konsentrasi akhir Fe}^{2+} = 12,49 \text{ mg/L}$$

$$\text{Konsentrasi tersesap Fe}^{2+} = 6,46 \text{ mg/L}$$

Jadi mg larutan Fe²⁺ yang teradsorpsi adalah:

$$\begin{aligned} x/m &= \frac{\text{konsentrasi tersesap} \times \text{volume larutan}}{\text{massa adsorben}} \\ &= \frac{6,46 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,05 \text{ g}} \\ &= 6,46 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

b. Konversi mg/L menjadi mol/L

$$[\text{Fe}^{2+}] \text{ akhir} = 12,49 \text{ mg/L} = 1,249 \cdot 10^{-2} \text{ g/L}$$

$$\begin{aligned} [\text{Fe}^{2+}] \text{ akhir} &= \frac{[\text{Fe}^{2+}] \text{ akhir} \times \text{volume}}{\text{Ar Fe}} \\ &= \frac{1,249 \cdot 10^{-2} \text{ g/L} \times 0,05 \text{ L}}{56} \\ &= \frac{1,1152 \cdot 10^{-5}}{0,05} \\ &= 2,2304 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L} \end{aligned}$$

c. Konversi mg/L menjadi mol/g

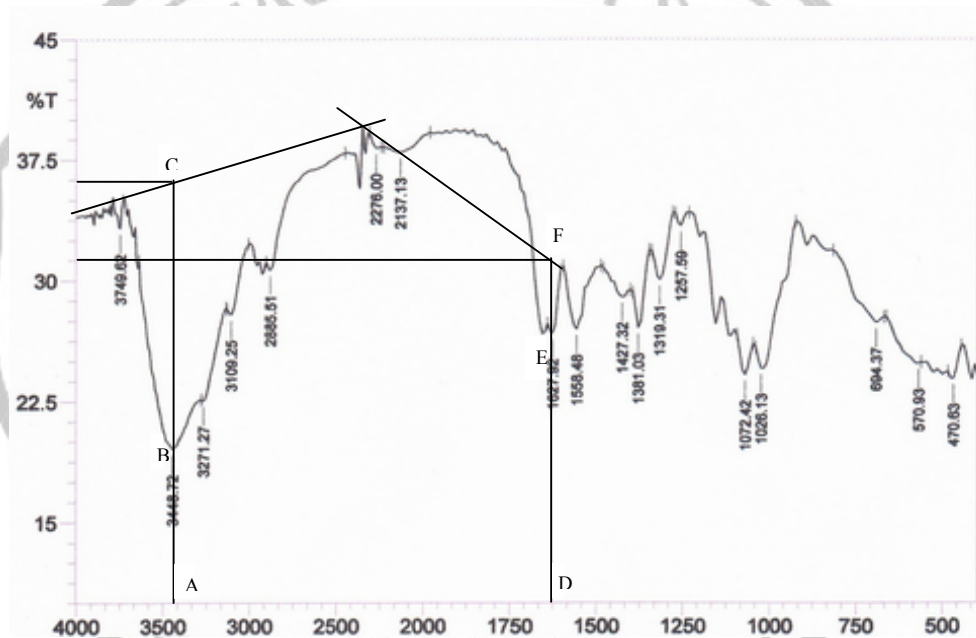
$$[\text{Fe}^{2+}] \text{ terserap} = 6,46 \text{ mg/L} = 6,46 \cdot 10^{-3}$$

$$= \text{_____}$$

$$= \text{_____}$$

$$= 1,1536 \cdot 10^{-4} \text{ mol/g}$$

k. Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin



$$\begin{aligned} \text{Log (A 1627)} &= \text{Log (DF/DE)} \\ &= \text{Log (31,5/26,721)} \\ &= 0,0714 \end{aligned}$$

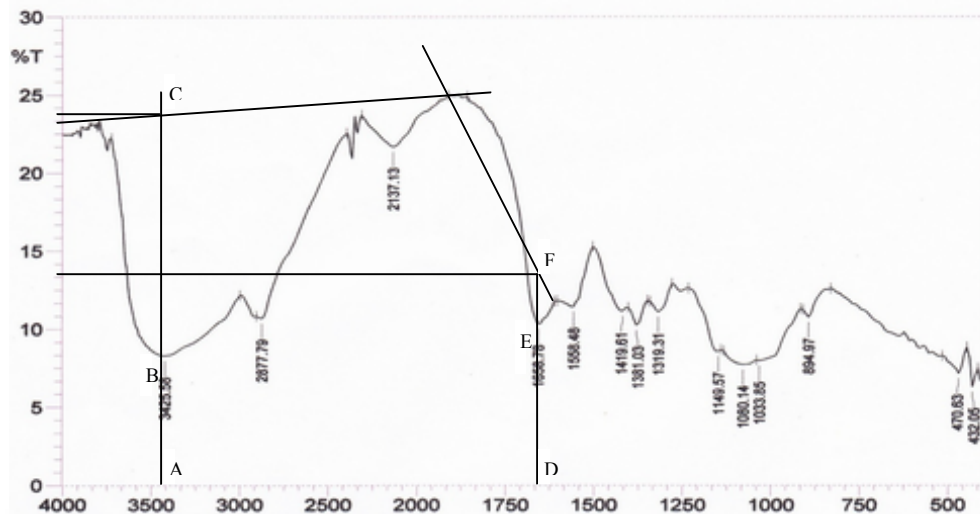
$$\begin{aligned} \text{Log (A 3448)} &= \text{Log (AC/AB)} \\ &= \text{Log (36,25/19,559)} \\ &= 0,268 \end{aligned}$$

$$\text{Derajat deasetilasi} = 100 - \text{_____} - \text{_____}$$

$$= 100 - \text{_____} - \text{_____}$$

$$= 79,97 \%$$

I. Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitosan



$$\begin{aligned}\text{Log (A 1658)} &= \text{Log (DF/DE)} \\ &= \text{Log (13,32/10,35)} \\ &= 0,1096\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Log (A 3448)} &= \text{Log (AC/AB)} \\ &= \text{Log (23,6/8,15)} \\ &= 0,4618\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Derajat deasetilasi} &= 100 - \frac{\text{Log (A 1658)}}{\text{Log (A 3448)}} \times 100 \\ &= 100 - \frac{0,1096}{0,4618} \times 100 \\ &= 82,16 \%\end{aligned}$$

m. Perhitungan Kadar Abu Asam Humat

$$\begin{aligned}\text{Bobot krus kosong} &= 17,6814 \text{ g} \\ \text{Bobot sampel} &= 0,0502 \text{ g} \\ \text{Bobot krus+abu} &= 17,6967 \text{ g} \\ \text{Bobot abu} &= 17,6967 - 17,6814 = 0,0153 \text{ g} \\ \text{Kadar abu (\%)} &= \frac{0,0153}{0,0502} \times 100 \\ &= 30,47 \%\end{aligned}$$

n. Perhitungan Kadar Abu Kitosan

Bobot krus kosong = 9,0121 g

Bobot sampel = 0,3332 g

Bobot krus+abu = 9,0159 g

Bobot abu = 9,0159-9,0121 = 0,0038 g

Kadar abu (%) = $\frac{\text{bobot abu}}{\text{Bobot sampel}} \times 100\%$

$$= \frac{0,0038}{0,0502} \times 100\%$$

$$= 1,14 \%$$



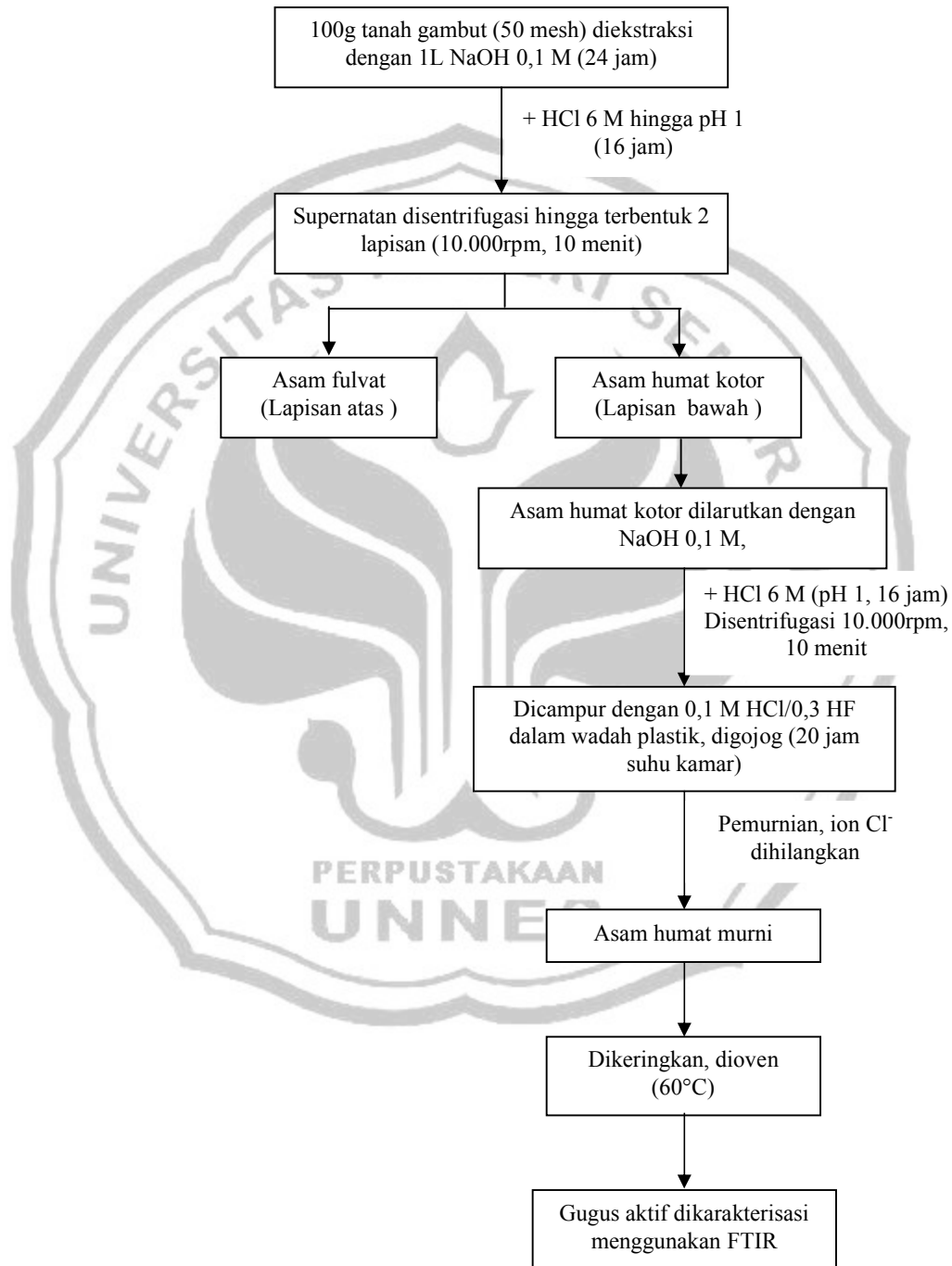
LAMPIRAN 2. Diagram Cara Kerja**Diagram Cara Kerja Isolasi Asam Humat dari Tanah Gambut**

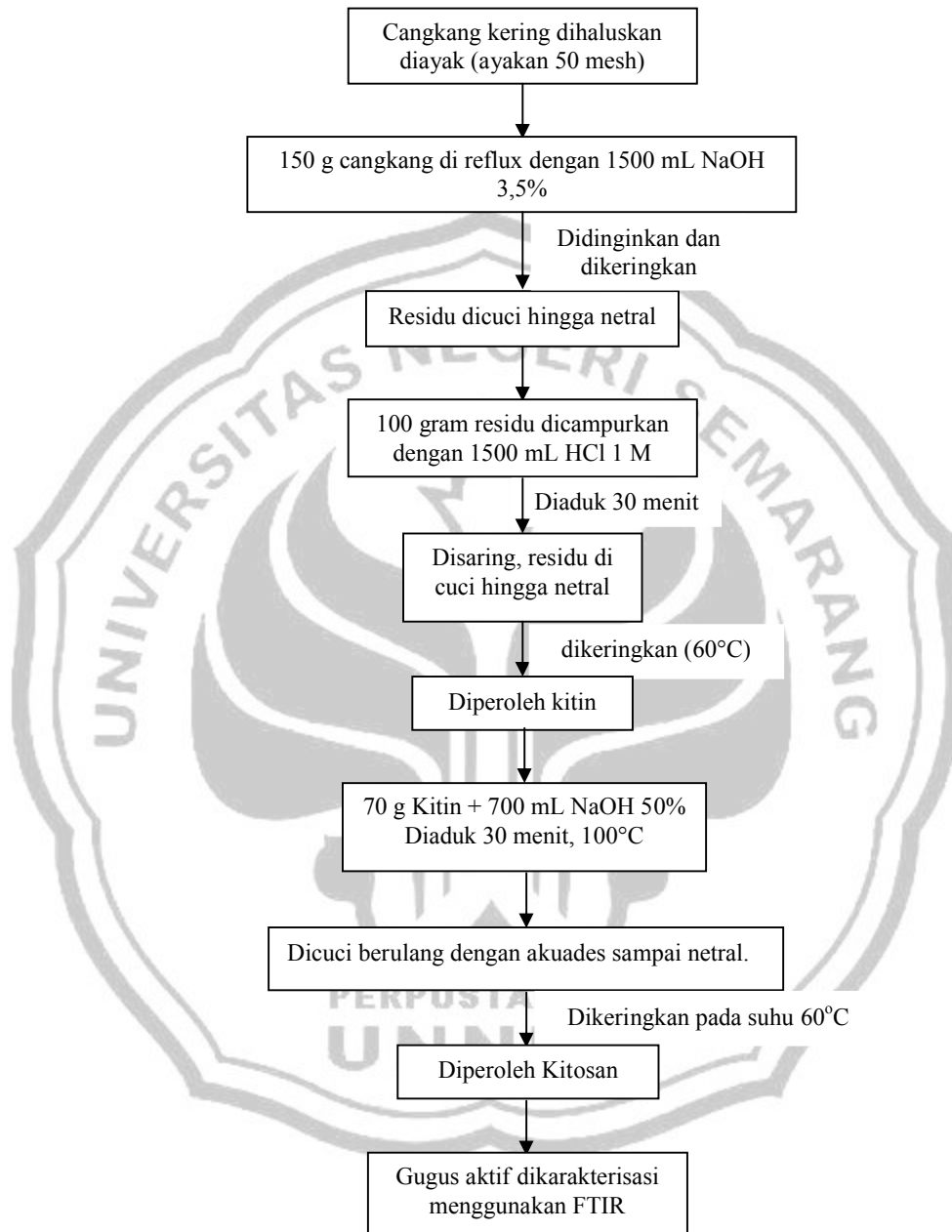
Diagram Cara Kerja Isolasi Kitosan dari Cangkang Udang

Diagram Cara Kerja Penentuan Kadar Abu Asam Humat

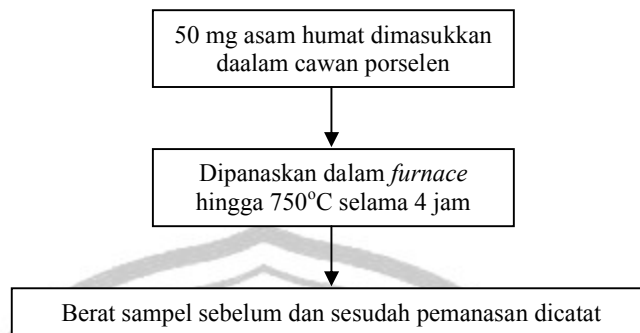


Diagram Cara Kerja Penentuan Kadar Abu Kitosan

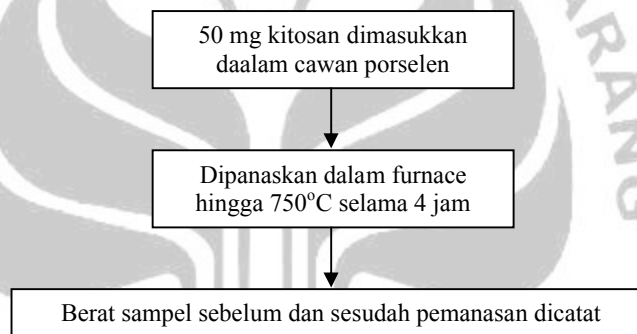
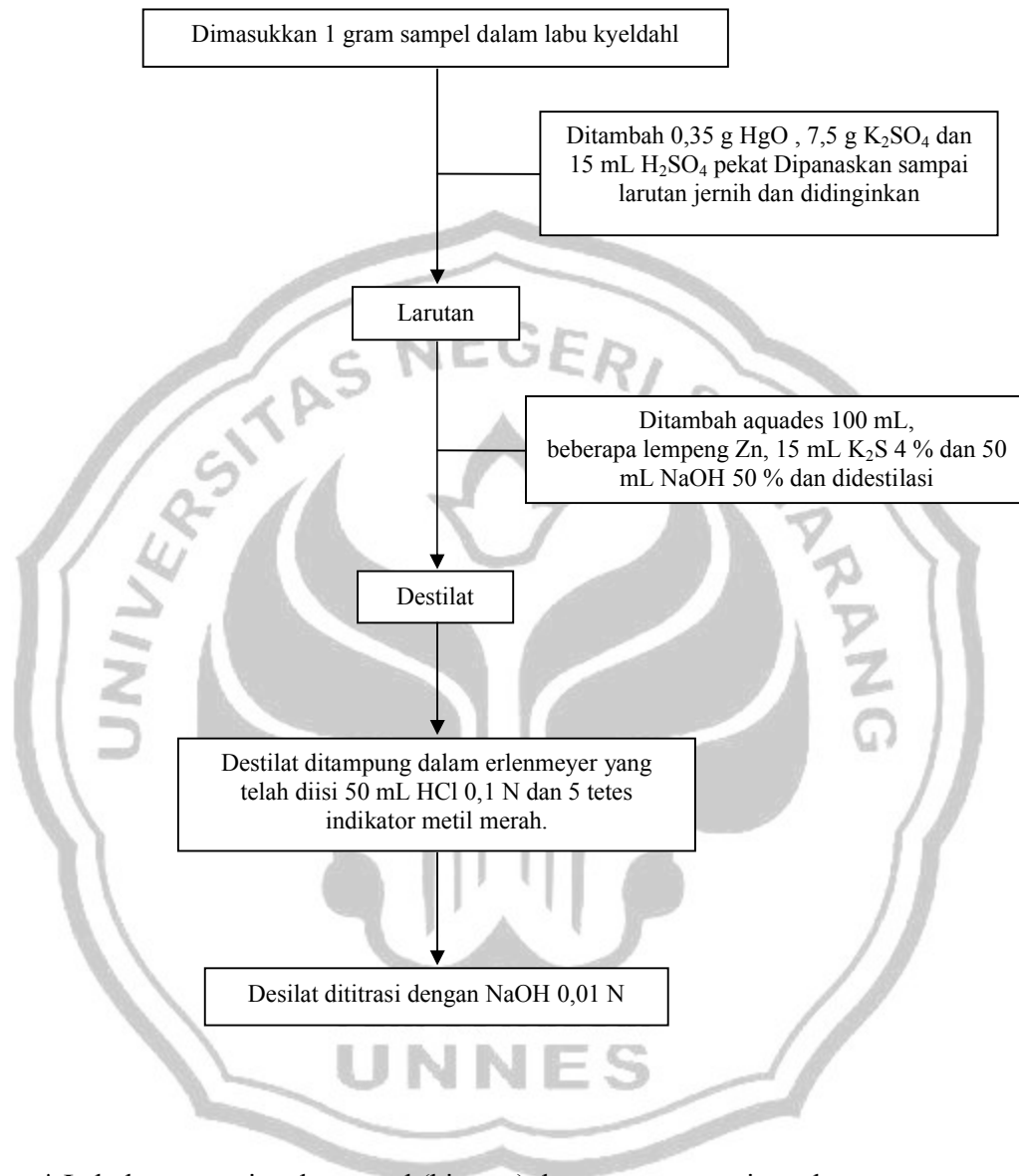


Diagram Alir Pengujian Kadar N

* Lakukan seperti pada sampel (kitosan) dengan menggantinya dengan aquades sebagai blanko.

Imobilisasi Asam Humat pada Kitosan

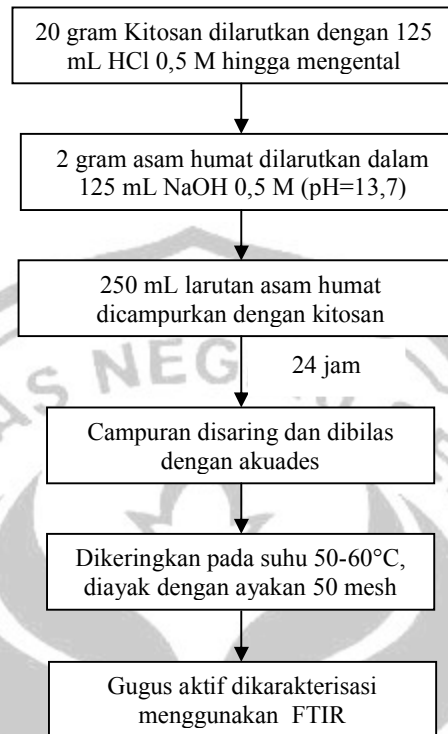


Diagram Cara Kerja Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Asam Humat

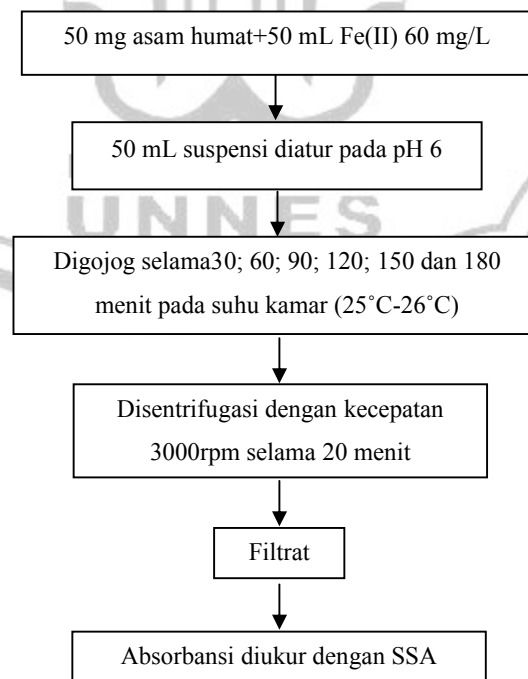


Diagram Cara Kerja Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Asam Humat

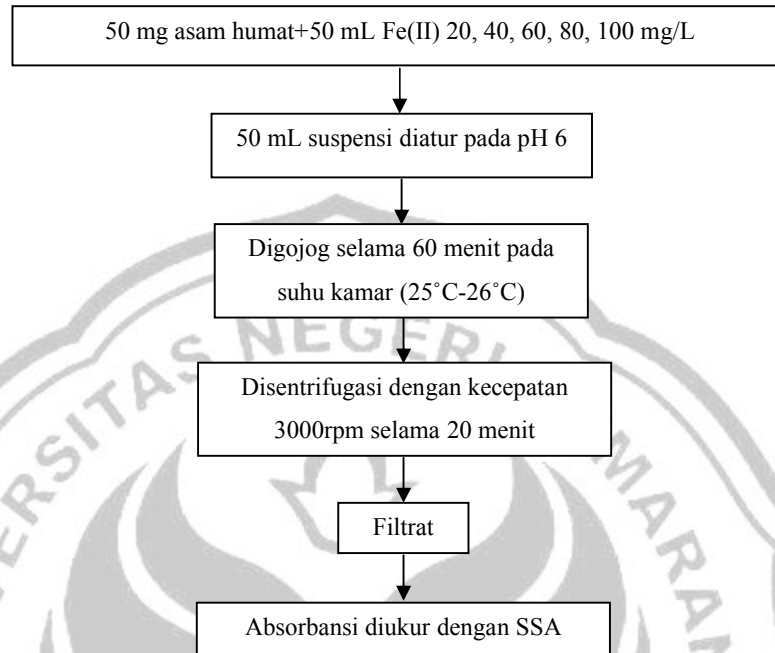


Diagram Cara Kerja Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Kitosan

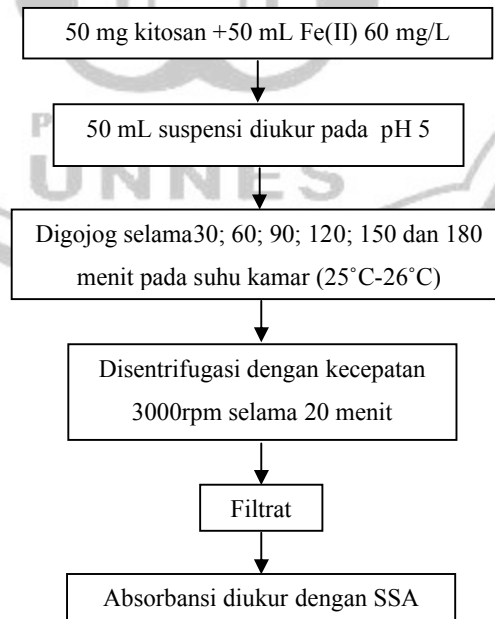


Diagram Cara Kerja Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Kitosan

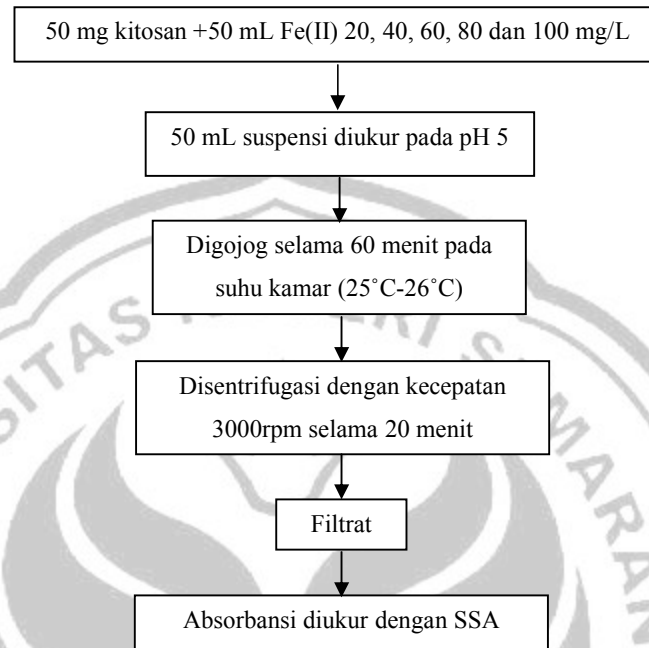


Diagram Cara Kerja Penentuan Waktu Kontak Optimum Fe(II) Teradsorpsi pada Asam Humat-Kitosan

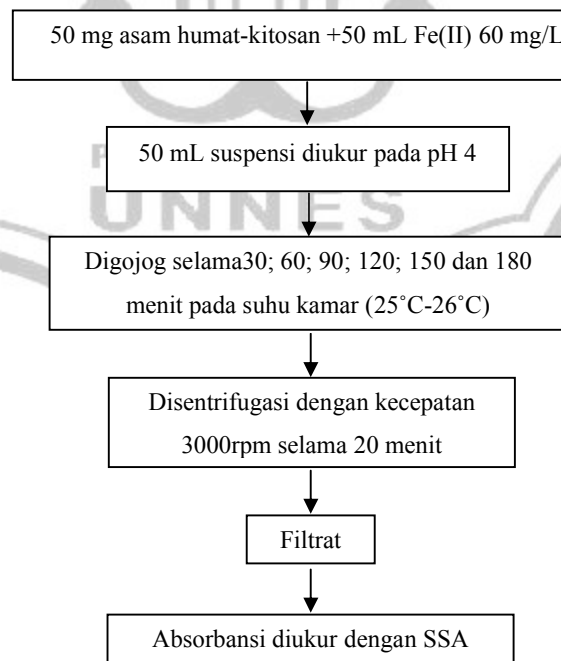
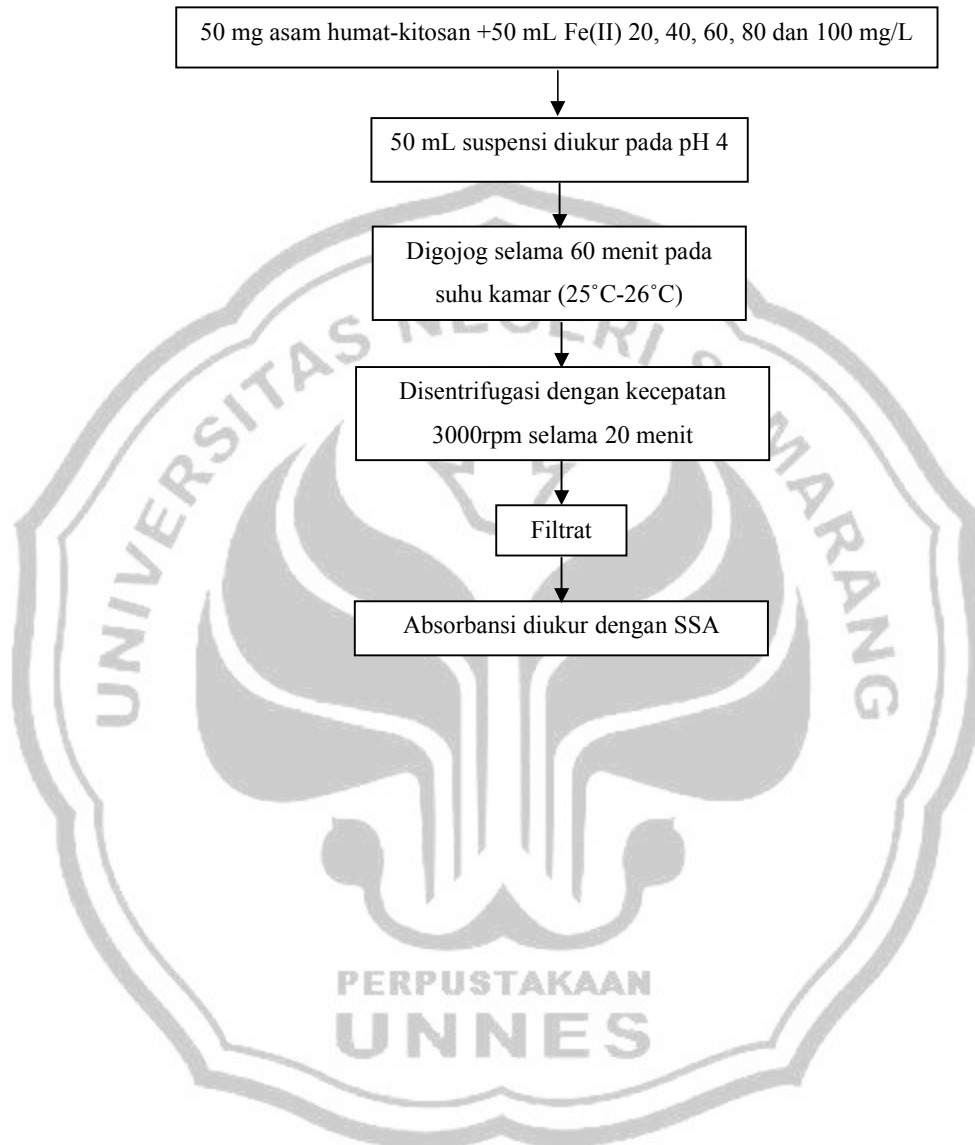
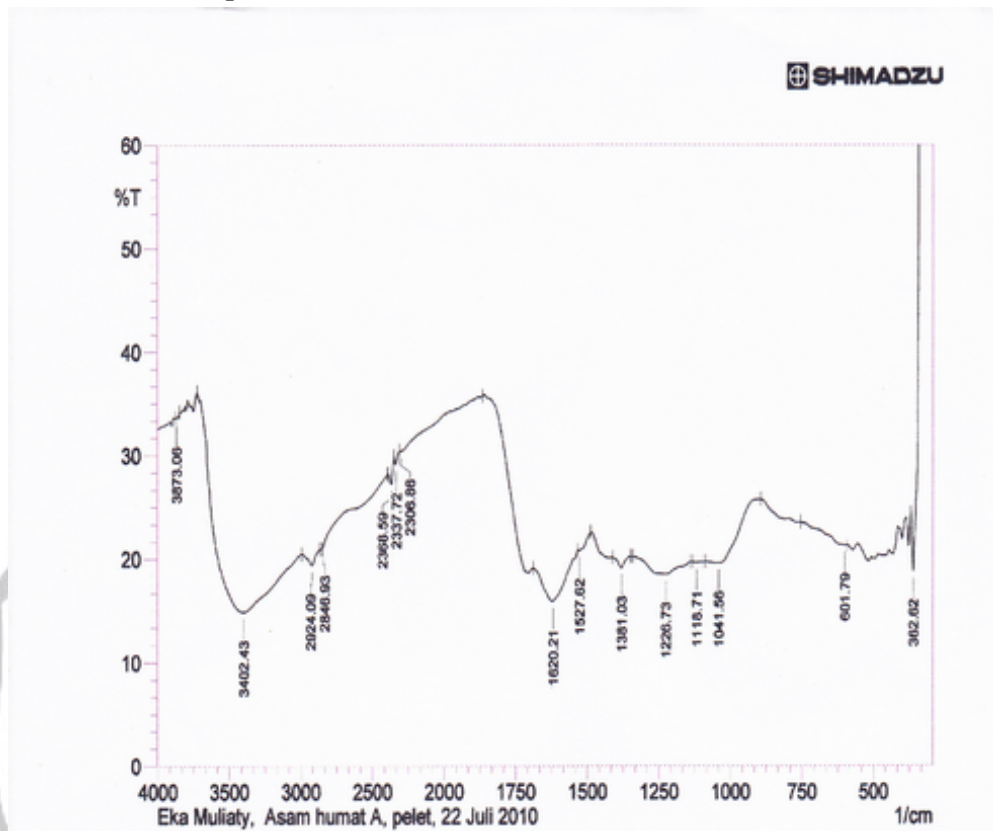


Diagram Cara Kerja Penentuan Konsentrasi Fe(II) Teradsorpsi Optimum pada Asam Humat-Kitosan

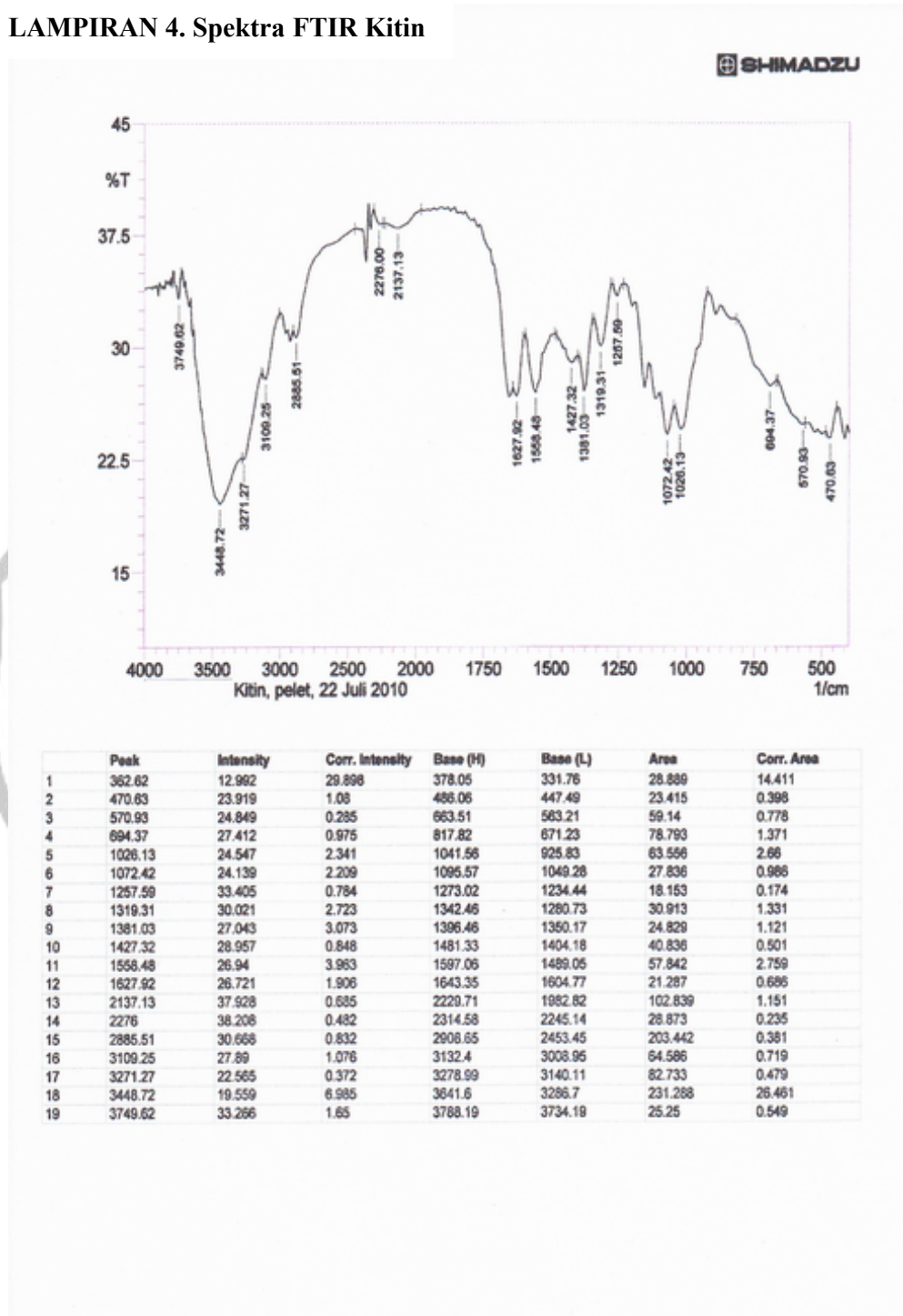


LAMPIRAN 3. Spektra FTIR Asam Humat

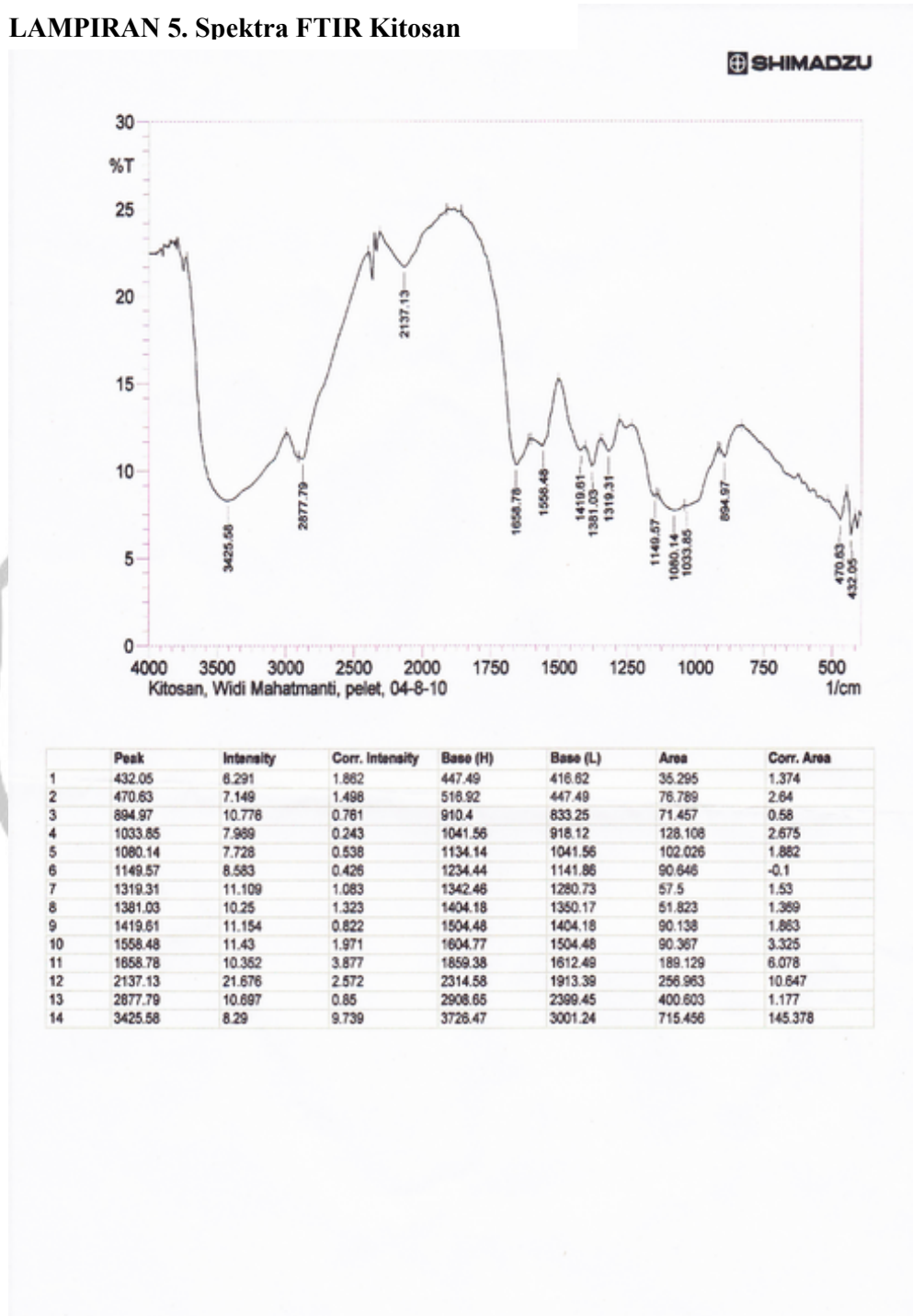


Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	362.62	18.77	52.89	370.33	331.76	11.94	12.11
2	601.79	21.36	0.1	756.1	594.08	105.43	0.21
3	1041.56	19.59	1.59	1087.85	894.97	126.38	2.69
4	1118.71	19.62	0.09	1134.14	1095.57	27.24	0.04
5	1226.73	18.5	1.39	1342.46	1141.86	144.03	3.48
6	1381.03	19.08	1.08	1411.89	1350.17	43.47	0.55
7	1527.62	20.78	0.31	1536.34	1489.05	30.89	0.27
8	1620.21	15.88	3.98	1689.64	1535.34	115.73	7.78
9	2306.86	30.41	0.11	2314.58	1867.09	215.71	0.52
10	2337.72	29.12	1.01	2353.16	2314.58	20.3	0.26
11	2368.59	27.21	2.02	2391.73	2353.16	21.21	0.6
12	2846.93	20.94	0.12	2854.65	2399.45	274.88	0.33
13	2924.09	19.36	1.35	2993.52	2870.08	85.92	1.47
14	3402.43	14.86	14.26	3726.47	3001.24	526.28	115.01
15	3873.06	33.53	0.23	3880.78	3849.92	14.54	0.08

LAMPIRAN 4. Spektra FTIR Kitin

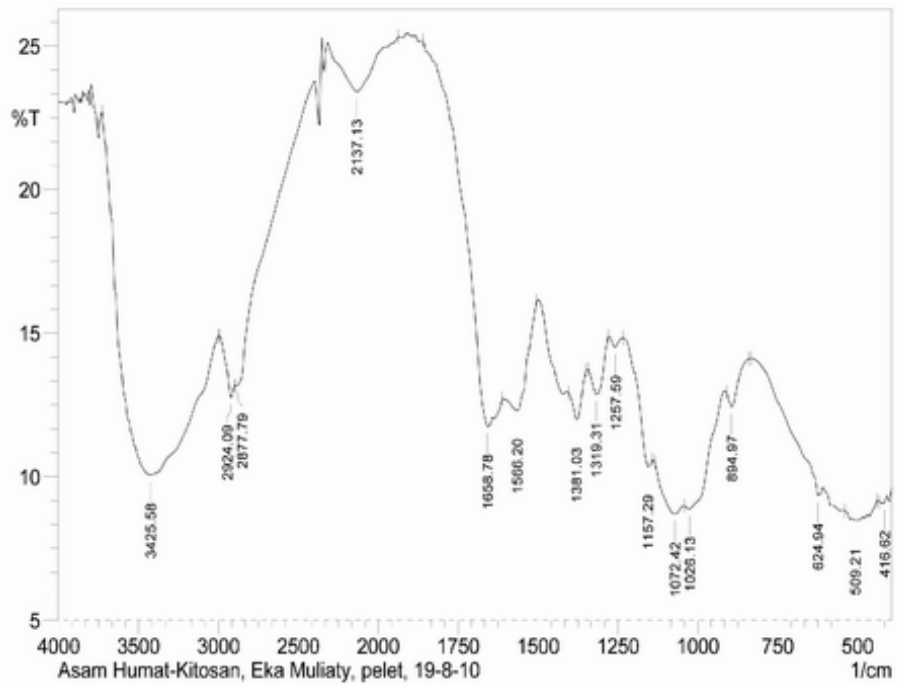


LAMPIRAN 5. Spektra FTIR Kitosan



LAMPIRAN 6. Spektra FTIR Humat-Kitosan

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	416.62	9.092	0.236	432.05	393.48	39.873	0.312
2	509.21	8.474	0.446	540.07	439.77	106.569	1.702
3	624.94	9.346	0.599	833.25	609.51	207.321	-1.464
4	894.97	12.419	0.784	910.4	840.96	60.814	0.649
5	1026.13	8.873	0.613	1041.56	918.12	121.47	2.826
6	1072.42	8.694	0.694	1134.14	1049.28	88.323	2.08
7	1157.29	10.338	0.965	1234.44	1141.86	83.434	-0.062
8	1257.59	14.498	0.364	1280.73	1234.44	38.539	0.212
9	1319.31	12.865	1.305	1342.46	1280.73	53.608	1.616
10	1381.03	11.982	1.272	1404.18	1350.17	48.462	1.249
11	1566.2	12.287	1.732	1604.77	1504.48	87.32	3.037
12	1658.78	11.742	3.304	1859.38	1612.49	185.214	4.798
13	2137.13	23.412	1.81	2314.58	1936.53	232.822	6.717
14	2877.79	13.17	0.336	2893.22	2399.45	357.698	0.362
15	2924.09	12.77	0.825	2993.52	2900.94	80.051	0.84
16	3425.58	10.047	9.414	3726.47	3001.24	656.92	122.873

LAMPIRAN 7. Pengujian kadar N kitin dan kitosan

KEMENTERIAN PENDIDIKAN NASIONAL
 UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
 FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
 LABORATORIUM JURUSAN BIOLOGI
 Alamat : Gedung D11 FMIPA UNNES Kampus Sekaran Gunungpati Semarang 50229

SURAT KETERANGAN

No. 000 /H.37.1.4.5/PP/2010

Nama Pemilik : Eka Muliaty
 NIM : 4350406030
 Jurusan : Kimia
 Fakultas : Fakultas Matematika dan IPA
 Universitas : Universitas Negeri Semarang
 Jenis Sampel : Kitin dan Kitosan
 Jenis Uji : Kadar N

No	Sampel	Kadar N
1	Kitin	5.46 %
2	Kitosan	8.21 %

Demikian Surat Keterangan ini kami buat untuk dapat digunakan sebagaimana perlunya.

Mengetahui
 Ketua Jurusan Biologi FMIPA UNNES



Dra. Aditya Marianti, M.Si
 NIP. 19671217 199303 2001

Semarang, 11 Agustus 2010

Kepala Laboratorium Biologi

Dr. Ir. Amin Retnoningsih, M.Si
 NIP 19600712 199003 2001

LAMPIRAN 8. Pengujian kadar N Humat-Kitosan

KEMENTERIAN PENDIDIKAN NASIONAL
 UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
 FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
 LABORATORIUM JURUSAN BIOLOGI
 Alamat : Gedung D11 FMIPA UNNES Kampus Sekaran Gunungpati Semarang 50229

SURAT KETERANGAN

No. 522 /H.37.1.4.5/PP/2010

Nama Pemilik : Eka Muliaty
 NIM : 4350406030
 Jurusan : Kimia
 Fakultas : Fakultas Matematika dan IPA
 Universitas : Universitas Negeri Semarang
 Jenis Sampel : Asam Humat-Kitosan
 Jenis Uji : Kadar N

No	Sampel	Kadar N
1	Asam Humat-Kitosan	7.17 %

Demikian Surat Keterangan ini kami buat untuk dapat digunakan sebagaimana perlunya.



Mengetahui
 Ketua Jurusan Biologi FMIPA UNNES

Dr. A. Aditya Marianti, M.Si
 NIP. 19671217 199303 2001

Semarang, 23 Agustus 2010

Kepala Laboratorium Biologi

Dr. Ir. Amin Retnoningsih, M.Si
 NIP 19600712 199003 2001

LAMPIRAN 9. Foto Penelitian

Foto 1. Tanah Gambut



Foto 2. Pelarutan Asam Humat



Foto 3. Asam Humat



Foto 4. Deproteinasi



Foto 5. Demineralisasi



Foto 6. Deasetilasi

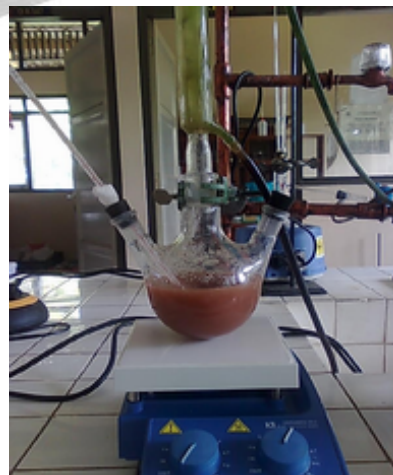


Foto 7. Hasil Deproteinasi (a), Demineralisasi (b), Deasetilasi (c)

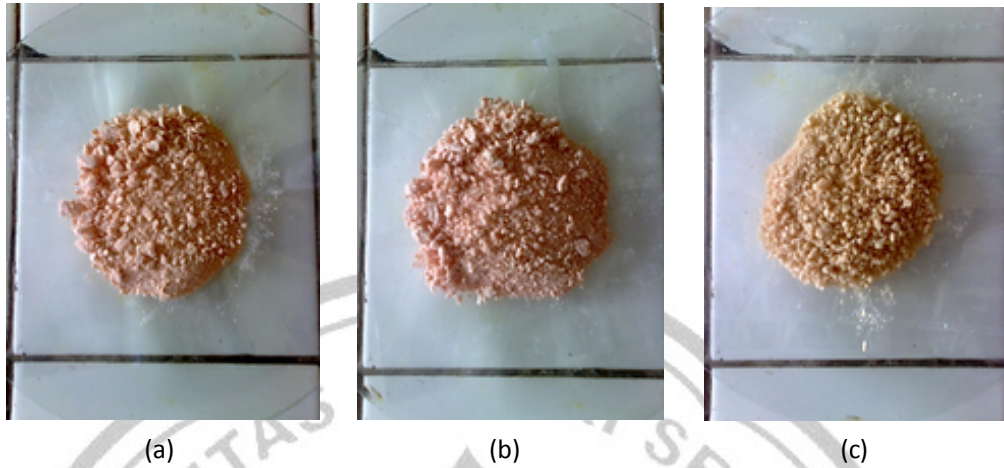


Foto 8. Asam Humat dan Kitosan

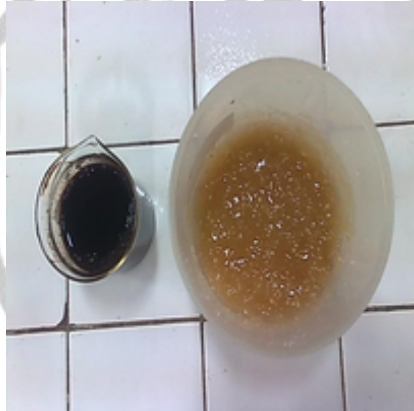


Foto 9. Imobilisasi Humat-Kitosan



Foto 10. Aplikasi adsorpsi Fe(II)



Foto 11. Himat-Kitosan

