

**PENURUNAN KADAR Fe PADA PENGOLAHAN LIMBAH CAIR  
LABORATORIUM MENGGUNAKAN PENGENDAPAN BASA DAN  
BIOSORBEN BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DZIKRUL KHAKIM**  
**NIM. 11630062**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2018**

**PENURUNAN KADAR Fe PADA PENGOLAHAN LIMBAH CAIR  
LABORATORIUM MENGGUNAKAN PENGENDAPAN BASA DAN  
BIOSORBEN BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

oleh:  
**DZIKRUL KHAKIM**  
NIM. 11630062

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang**  
**Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam**  
**Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM**  
**MALANG**  
**2018**

**PENURUNAN KADAR Fe PADA PENGOLAHAN LIMBAH CAIR  
LABORATORIUM MENGGUNAKAN PENGENDAPAN BASA DAN  
BIOSORBEN BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DZIKRUL KHAKIM**  
NIM. 11630062

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji**  
**Tanggal: 05 Juli 2018**

**Pembimbing I**

**Eny Yulianti, M.Si**  
NIP. 19760611 200501 2 006

**Pembimbing II**

**Umaiatus Syarifah, M.A**  
NIP. 19820925 200901 2 005



**Mengetahui,**  
**Ketua Jurusan Kimia**

**Elok Kamillah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENURUNAN KADAR Fe PADA PENGOLAHAN LIMBAH CAIR  
LABORATORIUM MENGGUNAKAN PENGENDAPAN BASA DAN  
BIOSORBEN BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**DZIKRUL KHAKIM**  
NIM. 11630062

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 05 Juli 2018

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Rachmawati Ningsih, M.Si</b> NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Nur Aini, M.Si</b> NIDT. 20130902 2 316	(.....)
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Eny Yulianti, M.Si</b> NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Umayyatus Syarifah, M.A</b> NIP. 19820925 200901 2 005	(.....)



Mengesahkan,  
**Ketua Jurusan Kimia**

**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Dzikrul Khakim

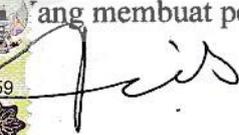
NIM : 11630062

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Penurunan Kadar Fe Pada Pengolahan Limbah Cair  
Laboratorium Menggunakan Pengendapan Basa dan  
Biosorben Batang Jagung

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 06 Juli 2018  
Yang membuat pernyataan,  
  
Dzikrul Khakim  
NIM. 11630062



**MOTTO**

**Sebaik-baik Manusia Adalah Orang yang  
Bisa Memberi manfaat Buat Orang lain**

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil ‘Alamin, segala puji bagi Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang yang telah memberikan kenikmatan tiada terukur sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“PENURUNAN KADAR Fe PADA PENGOLAHAN LIMBAH CAIR LABORATORIUM MENGGUNAKAN PENGENDAPAN BASA DAN BIOSORBEN BATANG JAGUNG”** dengan semaksimal mungkin meskipun masih sangat banyak kekurangannya.

Shalawat dan salam selalu kami haturkan kepada junjungan besar kita, Nabi Muhammad SAW yang karena beliau kita mendapat pencerahan menuju jalan yang lurus, jalan yang di ridhoi dan bukan jalan orang sesat yang di murkai. Allah SWT. Semoga kelak nanti kita mendapatkan syafaat beliau.

Penulis sadar masih sangat banyak kesalahan dan kekurangan yang tidak lain disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan penulis, sehingga dalam penyelesaian skripsi ini penulis dibantu oleh beberapa pihak. Untuk itu dengan segala ketulusan hati penulis ingin menyampaikan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, motivasi serta arahan kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini.

3. Ibu Nur Aini, M.Si selaku konsultan yang telah dengan sabar memberikan bimbingan, arahan serta motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini.
4. Ibu Umaiatus Syarifah, M.A selaku dosen pembimbing agama yang telah dengan sabar memberikan bimbingan, arahan serta motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini.
5. Bapak dan Ibu tercinta, terkasih dan tersayang. Terimakasih atas segala doa, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti yang diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan dan penguatan yang sangat berarti bagi penulis.
6. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Seluruh dosen jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

Akhirnya atas segala kekurangan dari skripsi ini sangat diharapkan saran dan kritik yang bersifat konstruktif dari semua pembaca demi sempurnanya skripsi ini.

Malang, 5 juli 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>MOTTO</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR GRAFIK</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiii
<b>ABSTRAK</b> .....	xiv
<b>ABSTRACT</b> .....	xv
مستخلص البحث .....	xvi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	6
2.1 Limbah Laboratorium .....	6
2.2 Karakteristik dan Toksisitas Logam Besi (Fe).....	8
2.3 Pengolahan Limbah Logam dengan Metode Adsorpsi .....	9
2.4 Biosorben .....	12
2.5 Pemanfaatan Batang Jagung ( <i>Zea mays L.</i> ) sebagai biosorben.....	12
2.6 Spektroskopi FTIR ( <i>Fourier Transform Infra Red</i> ) pada batang jagung.....	16
2.7 Atomic Adsorption Spectroscopy .....	18
<b>BAB III METODOLOGI</b> .....	22
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	22
3.2 Bahan dan Alat .....	22
3.2.1 Sampel .....	22
3.2.2 Bahan Kimia.....	22
3.2.3 Alat .....	22
3.3 Tahapan Penelitian .....	23
3.4 Cara Kerja .....	23
3.4.1 Pembuatan Biosorben.....	23
3.4.1.1 Preparasi Batang Jagung .....	23
3.4.1.2 Delignifikasi Batang Jagung.....	23
3.4.1.3 Modifikasi dengan Penambahan Larutan Asam Sitrat.....	23
3.4.2 Karakterisasi Batang Jagung Menggunakan FTIR.....	24
3.4.3 Penentuan Konsentrasi Gugus Aktif .....	24
3.4.4 Aplikasi Batang Jagung Sebagai Biosorben.....	26
3.4.4.1 Analisis Limbah Cair Laboratorium menggunakan AAS.....	26
3.4.4.2 Penentuan Adsorben Terbaik.....	27

<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
4.1 Pembuatan Biosorben.....	29
4.1.1 Preparasi Batang Jagung .....	29
4.1.2 Delignifikasi Batang Jagung ( <i>Zea mays L.</i> ).....	29
4.1.3 Modifikasi Batang Jagung Menggunakan Asam Sitrat .....	31
4.2 Karakterisasi Batang Jagung Menggunakan FTIR .....	33
4.3 Penentuan Gugus Aktif Batang Jagung.....	36
4.4 Penentuan Adsorben Terbaik untuk Menurunkan Kadar Fe.....	37
4.5 Pemanfaatan Batang Jagung dalam Perspektif Islam.....	40
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran.....	43
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>44</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>47</b>



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil Produksi Dan Luas Panen Jagung Indonesia Tahun 2009 – 2013 .....	12
Tabel 2.2 Konstanta Isoterm Langmuir pada $T=25^{\circ}C$ .....	14
Tabel 2.3 Interpretasi Spektra IR Batang Jagung.....	18
Tabel 3.1 Hasil uji FTIR .....	27
Tabel 3.2 Penentuan adsorben terbaik .....	28
Tabel 4.1 Penurunan berat biomassa pada proses delignifikasi.....	31
Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR batang jagung.....	35
Tabel 4.3 Konsentrasi Gugus aktif Batang Jagung ( <i>Zea mays L.</i> ).....	37
Tabel 4.4 Hasil Pengukuran pH .....	39



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Batang Jagung ( <i>Zea mays L.</i> ) .....	12
Gambar 2.2	Reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH .....	14
Gambar 2.3	Reaksi Antara Asam Sitrat dengan Selulosa .....	15
Gambar 2.4	Rumus Molekul Asam Sitrat .....	16
Gambar 2.5	Spektra IR Batang Jagung .....	19
Gambar 2.6	Skema umum komponen pada alat AAS.....	20
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme pemutusan lignin dan selulosa.....	30
Gambar 4.2	Reaksi antara Asam sitrat dengan Selulosa.....	32
Gambar 4.3	Spektra IR Batang Jagung Semua Variasi .....	33



## DAFTAR GRAFIK

Grafik 4.1 Konsentrasi gugus aktif .....	35
Grafik 4.2 Penurunan Logam Fe setelah proses adsorpsi .....	38
Grafik 4.3 Perbandingan pH limbah sebelum adsorpsi dan pH setelah adsorpsi.....	40



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja .....	47
Lampiran 2 Preparasi Bahan dan Perhitungan .....	52
Lampiran 3 Perhitungan Konsentrasi Gugus Aktif.....	56
Lampiran 4 Dokumentasi Penelitian.....	61



## ABSTRAK

Khakim, Dzikrul. 2018. **Penurunan Kadar Fe Pada Pengolahan Limbah Cair Laboratorium Menggunakan Pengendapan Basa dan Biosorben Batang Jagung (*Zea mays L.*)** Pembimbing utama: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing agama: Umayyatus Syarifah, M.A; Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata Kunci: batang jagung (*Zea mays L.*), besi (Fe), asam sitrat, gugus aktif, biosorben, FTIR, AAS.

Jagung merupakan salah satu makanan pokok masyarakat Indonesia terbesar setelah beras. Berdasarkan kandungan selulosanya yang mencapai 53%, batang jagung memiliki potensi sebagai biosorben dalam menurunkan kadar logam besi (Fe) dalam limbah. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adsorben terbaik yang digunakan dalam mengadsorpsi logam besi (Fe) dan juga untuk mengetahui karakteristik pada seluruh variasi batang jagung.

Tahapan penelitian ini meliputi: Preparasi batang jagung, Delignifikasi batang jagung. Modifikasi batang jagung menggunakan asam sitrat 0,5; 1,0; dan 1,5 M, Karakterisasi batang jagung menggunakan FTIR, Preparasi limbah logam dan destruksi, Penentuan adsorben terbaik, Penentuan konsentrasi situs aktif batang jagung menggunakan metode titrasi asam basa.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa karakteristik batang jagung memiliki kandungan gugus aktif seperti hidroksil, karboksil dan lakton. Konsentrasi penurunan kadar logam besi (Fe) terbaik terletak pada variasi batang jagung terdelignifikasi (AD) sebesar 79,36% yang juga didukung dengan nilai total asam tertingginya sebesar 5,25 meq/gram dengan nilai masing-masing gugus hidroksil, karboksil dan lakton berurut-urut adalah 2,75; 2,5; dan 0 meq/gram. Hal tersebut diindikasikan bahwa adsorpsi pada batang jagung terdelignifikasi (AD) berjalan secara maksimal dengan didukung kondisi pH yang stabil dibandingkan dengan variasi batang jagung termodifikasi asam sitrat (AMAS 0,5; 1,0; dan 1,5 M) yang cenderung bersifat asam. Adapun hasil spektra FTIR setelah proses modifikasi menggunakan asam sitrat menunjukkan adanya gugus ester (1731-1732  $\text{cm}^{-1}$ ) sehingga terjadi reaksi esterifikasi pada saat batang jagung berinteraksi dengan asam sitrat.

## ABSTRACT

Khakim, Dzikrul. 2018. **Decreased Fe Feature On Liquid Waste Treatment Laboratory Using Precipitation Base and Biosorbent Corn Stalk.** The main coach: Eny Yulianti, M.Si; Religious counselor: Umairatus Syarifah, M.A; Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords: corn stalk (*Zea mays L.*), iron (Fe), citric acid, active group, biosorbent, FTIR, AAS.

Corn is one of the biggest staple food of Indonesian society after rice. Based on its cellulose content of 53%, corn stalk has potential as biosorbent in lowering iron (Fe) content in waste. This study aims to determine the best adsorbents used in adsorpting iron (Fe) and also to know the characteristics of all variations of corn stalks.

Stages of this study include: Preparation of corn stalks, Delignification of corn stalks, Modivication of corn stalk using citric acid 0.5; 1.0; and 1.5 M, Characterization of maize stems using FTIR, Preparation of metal waste and destruction, Determination of the best adsorbent, Determination of concentration of active site of corn stalk using acid base titration method.

The results showed that the characteristics of corn rod contain active groups such as hydroxyl, carboxyl and lactone. The best concentration of iron (Fe) concentration decrease is 79,36% which is also supported with the highest total acid value of 5,25 meq / gram with the value of each hydroxyl, carboxyl and lactone sequential group the order is 2.75; 2.5; and 0 meq / gram. It is indicated that the adsorption on the delignified corn stalk (AD) runs optimally with a stable pH-supported condition compared to the variation of the activated citric acid maize stalk (AMAS 0.5, 1.0 and 1.5 M) which tend to be acidic. The result of FTIR spectra after modification process using citric acid showed the existence of ester group (1731-1732  $\text{cm}^{-1}$ ) so that esterification reaction occurs when corn stalk interact with citric acid.

## مستخلص البحث

حاكم، ذكر. ٢٠١٨. انخفاض ميزة الحديد على مختبر معالجة النفايات السائلة باستخدام قاعدة الترسيب وساق الذرة الذرة. المشرفة : أني يولياني الماجستير والمشرف الدينية : أمية الشريفة الماجستير والمستشار : نور عيني الماجستير.

الكلمات الأساسية : جذع الذرة، حديد، حمض الستريك، مجموعة النشطة، مازات، FTIR، AAS.

الذرة هي أحد القوت في مجتمع إندونيسي أكثر بعد الرز. أساسا بمحتويات سلوسوزها وصول ٥٣%، وأما جذع الذرة يملك إمكانية المازات في تخفيض درجة الحديد للنفاية. وأما أهداف هذا البحث لمعرفة المازات الجيدة المستخدمة في امتز الحديد ولمعرفة خصائص جميع جذع الذرة المتنوعة.

وأما المراحل في هذه البحث هي : إعداد جذع الذرة , إزالة اللجنين في جذع الذرة , تفعيل جذع الذرة باستخدام حمض الستريك ٥, ١٠, ١٥, ٢٠, ٢٥, ٣٠ م , وصف جذع الذرة باستخدام FTIR , إعداد نفاية المعدن والتدمير, تعيين المازات الجيدة, تعيين تركيز مواقع النشط في جذع الذرة باستخدام طريقة المعيارة بالتحليل الكيماوي بقاعدة الحمض.

وأما النتيجة تدل على أن خصائص جذع الذرة يملك محتويات مجموعة النشطة على سبيل المثال : الهيدروكسيل والكربوكسيل واللكتون وتركيز تخفيض درجة الحديد الجيدة تقع في نوع جذع الذرة لإزالة اللجنين بدرجة حديد ٧٩,٣٦% وتكون معتمدة بقيمة الحمض الأعلى ٥,٢٥ غ. بقيمة كل مجموعة الهيدروكسيل، والكربوكسيل ولكتون المترتبة هي : ٢,٧٥ , ٢,٥٥ , ٢,٥٥ و ٠ غ. وهذا الواقع محدد أن الامتزاز في جذع الذرة بإزالة اللجنين الذي يجري فعالة بأحوال pH المستقر مقارنة بجذع الذرة التفاعلية بحمض الستريك ( AMAS 0,5; 1,0; 1,5) الذي تعكز على صفة الحمض. وأظهرت نتيجة أطياف FTIR بعد تعديل عملية باستخدام حمض الستريك وجود مجموعة استر (1731-1732) سم<sup>-1</sup> بحيث يحدث تفاعل الأسترة عندما تتفاعل ساق الذرة مع حمض الستريك.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Batang jagung (*Zea mays L.*) merupakan komponen terbesar tanaman jagung yang mencapai 83,28% total berat biomassa (Fieser & Fieser,1960). Pemanfaatan batang jagung sebagai tumbuhan yang baik (bermanfaat) di Indonesia masih terbatas. Masyarakat memanfaatkannya hanya sebagai bahan pakan ternak, bahan bakar tungku api dan pembuatan kompos. Bahkan biasanya menjadi limbah dan dibakar sehingga dapat mencemari lingkungan. Sehingga dalam Islam juga mengajarkan bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT tidak ada yang tidak bermanfaat.

Allah SWT berfirman dalam QS. asy-Syu'araa' (26) : 7 sebagai berikut:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

*Artinya:* “Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapa banyaknya kami tumbuhkan di bumi berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik? (Asy-Syu'araa')

Ayat tersebut menjelaskan bahwa sebenarnya jika kita bersedia merenungi dan mengamati hal-hal yang ada berada di muka bumi, maka kita akan mendapat kemanfaatan. Karena Allah SWT telah menumbuhkan beraneka ragam tumbuh-tumbuhan yang mendatangkan manfaat. Tumbuhan yang baik adalah tumbuhan yang mendatangkan banyak manfaat. Sehingga untuk meningkatkan nilai manfaat batang jagung salah satu upaya pengolahannya yaitu digunakan sebagai biomassa pembuatan adsorben untuk mengadsorb logam berat Besi (Fe) dari limbah cair logam berat yang dihasilkan dari Laboratorium Kimia UIN

Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian Daud, Z, dkk, (2010) menyatakan bahwa batang jagung memiliki kandungan selulosa 39%, hemiselulosa 42% dan lignin 7,3%. Salah satu upaya pengolahan batang jagung kering ini yaitu sebagai biomassa pembuatan adsorben.

Rahmayani (2013) juga menggunakan batang jagung sebagai adsorben alternatif pada pengurangan kadar klorin dalam air olahan. Hasil dari penelitiannya menunjukkan bahwa biosorben batang jagung pada kondisi yang paling baik dari modifikasi konsentrasi modifikator asam sulfat 5%, ukuran partikel 70 mesh dan waktu adsorpsi 90 menit dapat menyerap kadar klorin sebesar 96,08%. Hasil FTIR pada penelitian Ramos (2012) menunjukkan adanya gugus ester pada bilangan gelombang  $1730\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan pada penelitian Mahbubah (2016) gugus ester muncul pada bilangan gelombang  $1730\text{ cm}^{-1}$  dan pada penelitian Wen (2017) muncul pada bilangan gelombang  $1733\text{-}1736\text{ cm}^{-1}$

Melihat kandungan lignin pada jagung mencapai 7,3% dan karena keberadaan lignin dapat menurunkan proses adsorpsi, maka sebelum proses modifikasi dilakukan proses delignifikasi terlebih dahulu dengan menggunakan larutan NaOH 3%. Penelitian Safrianti, I, dkk, (2012) juga menjelaskan, bahwa adsorben sebelum dimodifikasi menggunakan asam nitrat harus mengalami proses delignifikasi. Delignifikasi adalah suatu proses pemutusan lignin dari selulosa dengan cara melarutkan lignin dengan pelarut basa seperti NaOH.

Penelitian Ramos, R. Leyva dkk (2011) asam sitrat digunakan untuk memodifikasi tongkol jagung untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi Cd(II). Hasil penelitiannya diketahui bahwa dari tongkol jagung terdapat gugus-gugus asam berupa gugus karboksilat sebesar 1,39 meq/g pada konsentrasi maksimum

asam sitrat 1,0 mol/L dan gugus hidroksilat sebesar 3,18 meq/g pada konsentrasi maksimum asam sitrat 1,0 mol/L. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum ditunjukkan ketika konsentrasi asam sitrat 1,0 mol/L pada tongkol jagung termodifikasi sebesar 26,5 mg/L dan kapasitas adsorpsi tongkol jagung termodifikasi berbanding lurus dengan konsentrasi gugus karboksilat. Tongkol jagung yang termodifikasi asam sitrat terbukti mampu menurunkan kadar Cd(II).

Logam berat dapat membahayakan manusia dan ekosistem lainnya, jika tidak dikontrol cara penggunaannya. Masalah ini disebabkan karena perbuatan manusia yang kurang peka terhadap lingkungan, padahal al-Quran telah mengingatkan bahwa kerusakan yang terjadi dimuka bumi diakibatkan oleh tangan (perbuatan) manusia yang tidak bertanggung jawab terhadap alam. Hal ini terlihat dalam al-Quran Surat ar-Rum (30) ayat 41 yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ  
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

**Artinya:** "Telah nampak kerusakan di darat dan dilaut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)."

Ayat di atas menerangkan tentang kerusakan yang disebabkan oleh ulah tangan manusia sendiri dan suatu saat manusia akan merasakan sendiri akibat dari ulah yang telah mereka perbuat. Pada ayat tersebut terdapat kata (ظهر) "tampak". Maksudnya adalah pada mulanya menjadi Nampak dan terang serta diketahui dengan jelas. Diperjelas dengan adanya kata (الفساد) menurut al-Ashfahani adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan baik sedikit maupun banyak. Hal ini

merupakan penegasan Allah bahwa berbagai keruakan yang ada di daratan dan di lautan adalah akibat perbuatan manusia.

Berdasarkan kajian di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan proses adsorpsi menggunakan batang jagung. Batang jagung kering yang diambil dari lahan sisa panen di wilayah pertanian kota Malang didelignifikasi menggunakan NaOH 3% kemudian dimodifikasi menggunakan asam sitrat. Adsorben yang akan diuji untuk mengadsorpsi ion logam besi (Fe) meliputi: Adsorben original (AO), adsorben terdelignifikasi (AD), adsorben termodifikasi asam sitrat 0,5 M (AMAS 0,5 M); 1,0 M (AMAS 1,0 M); dan 1,5 M (AMAS 1,5 M).

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memanfaatkan biomassa batang jagung secara optimal sebagai biosorben, sehingga dapat meningkatkan nilai guna batang jagung sebagai biosorben yang ekonomis dan ramah lingkungan.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan diatas maka dapat diambil suatu rumusan masalah sebagai berikut:

- a. Apakah adsorben terbaik yang digunakan untuk mengadsorpsi logam besi (Fe) pada limbah cair Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang?
- b. Bagaimanakah karakter spektra FTIR pada seluruh variasi batang jagung?

### 1.3 Tujuan Penelitian

- a. Untuk mengetahui adsorben terbaik yang digunakan untuk mengadsorpsi logam besi (Fe) pada limbah cair Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- b. Untuk mengetahui karakter spektra FTIR pada seluruh variasi batang jagung.

### 1.4 Batasan Masalah

Mengingat banyaknya cakupan permasalahan, maka dalam penelitian ini hanya dibatasi pada:

- a. Sampel yang diteliti adalah limbah cair logam dari Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang kategori limbah logam berat.
- b. Sampel batang jagung yang digunakan adalah limbah pertanian berasal dari kota Malang.
- c. Adsorben yang akan diuji untuk mengadsorpsi ion logam besi (Fe) meliputi: Adsorben original (AO), adsorben terdelignifikasi (AD), adsorben termodifikasi asam sitrat 0,5 M (AMAS 0,5 M); 1,0 M (AMAS 1,0 M); dan 1,5 M (AMAS 1,5 M).

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai potensi batang jagung kering (*Zea mays L.*) sebagai adsorben dan dapat menurunkan kadar logam besi (Fe) pada limbah Laboratorium.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Limbah Laboratorium

Limbah Laboratorium merupakan buangan yang berasal dari laboratorium. Limbah ini dapat berasal dari bahan kimia dan peralatan untuk pekerjaan laboratorium. Limbah laboratorium ini mempunyai resiko berbahaya bagi lingkungan dan makhluk hidup (Istighfari, 2012). Baku mutu limbah Laboratorium menurut Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 tahun 2014 untuk logam Pb yaitu 0,1 mg/L. Keberadaan limbah logam pada laboratorium dapat diolah menggunakan metode destruksi.

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis yaitu merombak dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi kering (oksida kering) dan destruksi basah (oksida basah) (Kristianingrum, 2012). Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan yang berbeda.

##### 1. Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan zat organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Proses destruksi kering membutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel dan jenis logam yang akan dianalisis. Apabila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini

tidak memberikan hasil yang baik. Oksida yang terbentuk dari logam Fe, Cu, dan Zn adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , FeO, CuO, dan ZnO, yang semua oksida dari logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam kuat.

## 2. Destruksi Basah

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat pengoksidasi. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Semua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil apabila disimpan selama beberapa hari (Raimon, 1993).

Menurut Sumardi (1981) metode destruksi basah lebih baik daripada cara destruksi kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi, inilah salah satu faktor pertimbangan para peneliti lebih sering menggunakan cara destruksi basah.

## 3. Destruksi Refluks

Menurut Darmono (1995) metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur

120°C. Kondensor disambungkan kemudian dialiri air mengalir yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun masuk kembali ke dalam tabung. Destruksi dilakukan selama 4 jam, kemudian didinginkan dan disaring.

Destruksi sampel menggunakan alat refluks dilakukan dengan cara menambahkan 20 ml asam nitrat p.a ke dalam 5 g sampel dan dipanaskan selama tiga jam. Ditambah 5 ml asam peroksida dan dipanaskan kembali selama satu jam. Hasil percobaan menunjukkan bahwa % *recovery* sebesar 70 %. Namun metode ini masih bisa digunakan dalam penentuan kadar merkuri (Hg) dalam ikan maupun kerang (Bortolli dkk, 1995).

## 2.2 Karakteristik dan Toksisitas Logam Besi (Fe)

Besi atau ferrum (Fe) adalah salah satu logam yang paling banyak dijumpai di kerak bumi, metal berwarna putih keperakan, liat dan dapat dibentuk. Di alam didapat sebagai hematite. Secara kimia besi merupakan logam yang cukup aktif, hal ini karena besi dapat bersenyawa dengan unsur-unsur lain. Salah satu kegunaan besi adalah sebagai campuran untuk membuat paduan logam, misalnya untuk membuat baja, besi tempa, besi tuang dan lain-lain yang banyak digunakan sebagai bahan bangunan, peralatan-peralatan logam, rangka kendaraan dan lainnya (Sunardi, 2006).

Kadar besi sekitar 0,5-50 mg/L dalam air tawar alami. Ion Fe di dalam air minum menimbulkan rasa, warna (kuning), pengendapan pada dinding-dinding pipa, pertumbuhan bakteri besi dan kekeruhan (Direktorat Penyehatan Air). Konsentrasi besi terlarut yang masih diperbolehkan dalam air minum adalah 0,3

mg/L (DepKes, 2002). Jarang terdapat besi komersial yang murni biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida dari besi, serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar ini memainkan peranan penting dalam kekuatan struktur besi. Besi dapat dimagnetkan. Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer melarutkan besi (II) dan gas hidrogen (Rahmayani, 2009).



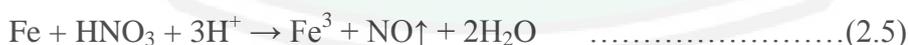
Asam sulfat pekat yang panas, menghasilkan ion-ion besi (III) dan belerang dioksida:



Dengan asam nitrat encer dingin, terbentuk ion besi (II) dan amonia:



Asam nitrat pekat, dingin, membuat besi menjadi pasif, dalam keadaan ini, tidak bereaksi dengan asam nitrat encer dan tidak jua mendesak tembaga dari larutan air suatu garam tembaga. Asam nitrat1+1 asam nitrat yang panas melarutkan besi dengan membentuk gas nitrogen oksida dan ion besi (III):



### 2.3 Pengolahan Limbah Logam dengan Metode Adsorpsi

Adsorpsi merupakan suatu peristiwa dimana molekul-molekul dari suatu senyawa terikat oleh permukaan zat padat. Molekul-molekul pada zat padat atau zat cair memiliki gaya dalam keadaan tidak setimbang dimana gaya kohesi

cenderung lebih besar dari pada gaya adhesi. Ketidaksetimbangan gaya-gaya tersebut menyebabkan zat padat atau zat cair tersebut cenderung menarik zat-zat lain atau gas yang bersentuhan pada permukaannya. Fenomena konsentrasi zat pada permukaan padatan atau cairan disebut fasa teradsorbat atau adsorbat sedangkan zat yang menyerap atau menariknya disebut adsorben. Proses adsorpsi pada suatu adsorben terutama terjadi pada pori-pori kecil (mikropori). Sedangkan makropori hanya berperan sebagai tempat transfer adsorbat dari permukaan luar ke mikropori (Saragih, 2008).

Mekanisme adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua yaitu:

1. Adsorpsi Fisika (fisorpsi)

Adsorpsi fisika terjadi bila gaya intermolekular lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relatif lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Gaya ini disebut gaya Van der Waals sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben. Gaya antar molekul adalah gaya tarik antara molekul-molekul fluida dengan permukaan padat, sedangkan gaya intermolekular adalah gaya tarik antar molekul-molekul fluida itu sendiri (Sudirjo, 2005).

2. Adsorpsi Kimia (kemisorpsi)

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya pertukaran atau pemakaian bersama elektron antara molekul adsorbat dengan permukaan adsorben sehingga terjadi reaksi kimia. Ikatan yang terbentuk antara adsorbat dengan adsorben adalah ikatan kimia dan ikatan itu lebih kuat daripada adsorpsi fisika (Bansal, 2005).

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain:

#### 1. Konsentrasi logam

Konsentrasi logam sangat berpengaruh terhadap penyerapan logam oleh adsorben. Pada permukaan penyerap, dalam hal ini biomassa bulu ayam terdapat sejumlah sisi aktif dengan luas permukaan penyerap. Jadi dengan memperbesar konsentrasi larutan serapan logam akan meningkat secara linier hingga konsentrasi tertentu.

#### 2. Luas permukaan adsorben

Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan efektif antara partikel itu akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan. Jadi, semakin besar luas permukaan adsorben maka penyerapan yang terjadi semakin merata.

#### 3. Tumbukan antar partikel

Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antaran partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan antar partikel ini dapat dipercepat dengan adanya kenaikan suhu.

#### 4. pH

pH mempunyai pengaruh dalam proses adsorpsi. pH lingkungan sangat mempengaruhi sifat gugus aktif dari adsorben dan adsorbatnya.

#### 5. Waktu kontak

Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik. Waktu kontak untuk mencapai keadaan setimbang pada proses serapan logam oleh adsorben berkisar antar beberapa menit hingga beberapa jam (Bernasconi dkk, 1995).

## 2.4 Biosorben

Biosorben merupakan material biologi yang digunakan sebagai zat penyerap. Penyerapan logam-logam oleh biosorben terjadi melalui proses penyerapan yang melibatkan gugus-gugus fungsional yang terikat pada makromolekul permukaan sel seperti protein, polisakarida, lignin, chitin, dan biopolymer lain yang terdapat dalam dinding sel biosorben. Gugus fungsional yang dimaksud meliputi gugus-gugus  $-OH$ , dan  $C-O$  (Wahyuni, 2014).

Karakteristik biosorben yang dibutuhkan untuk adsorpsi yang baik:

1. Luas permukaan adsorben. Semakin besar luas permukaan maka semakin besar pula daya adsorpsinya, karena proses adsorpsi terjadi pada permukaan adsorben.
2. Tidak ada perubahan volume yang berarti selama proses adsorpsi dan desorpsi.
3. Kemurnian adsorben. Adsorben yang memiliki tingkat kemurnian tinggi, daya adsorpsinya lebih baik

## 2.5 Pemanfaatan Batang Jagung (*Zea mays L.*) Sebagai Biosorben



Gambar 2.1 Batang Jagung (*Zea mays L.*)

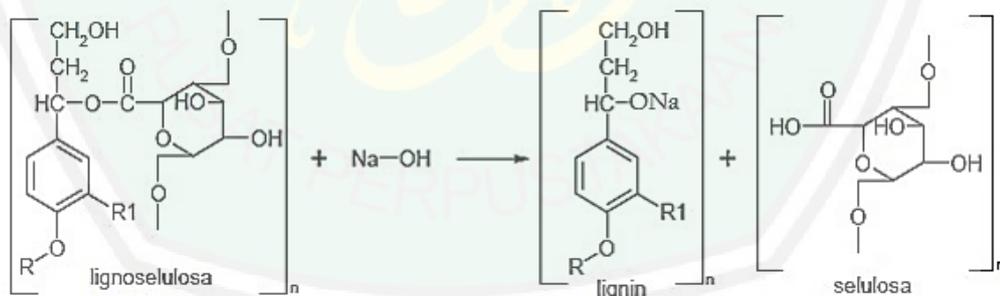
Batang jagung dapat dimanfaatkan sebagai adsorben karena merupakan suatu limbah ligniselulosa yang memiliki kandungan selulosa, hemiselulosa dan lignin. Berdasarkan penelitian Daud, Z, dkk, (2010) batang jagung yang memiliki kandungan selulosa 39%, hemiselulosa 42% dan lignin 7,3%. Pada penelitian sebelumnya Dedi, S dan Gunawan, E, (2010) menunjukkan bahwa karbon aktif dari batang jagung termodifikasi dapat menyerap ion logam tembaga (II) mencapai 25,1 mg/g dan menghasilkan kondisi optimum dengan waktu kontak selama 3 jam pada pH 5. Sedangkan pada kondisi optimum modifikasinya menggunakan suhu 300°C dengan prekursor 1,25 g/g dan waktu modifikasi selama 1 jam.

Beberapa pengembangan penelitian untuk membuat adsorben dari batang jagung tanpa harus diarangkan dahulu dengan tujuan untuk meminimalkan biaya pembuatan adsorben seperti halnya penelitian sebelumnya oleh Rahmayani, F dan Siswarni (2011) yang menunjukkan kemampuan batang jagung sebagai adsorben tanpa harus melalui proses pembuatan arang terlebih dahulu. Hasilnya penelitiannya menunjukkan bahwa penyerapan kadar klorin pada air water treatment mencapai 96,08% pada konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai aktivator 5%, ukuran partikel 70 mesh, dan waktu adsorpsi 90 menit dengan massa adsorben yaitu 150 gr.

Selulosa mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi karena selulosa memiliki gugus fungsi dapat melakukan pengikatan dengan ion logam. Keberadaan lignin akan menurunkan proses adsorpsi, sehingga perlu dihilangkan terlebih dahulu dengan menggunakan proses delignifikasi.

Delignifikasi merupakan suatu proses penghilangan lignin. Keberadaan lignin akan menurunkan proses adsorpsi. Hal ini karena keberadaan lignin akan menghalangi proses transfer ion. Proses delignifikasi dapat dilakukan secara fisikawi, kimiawi, dan biologis. Perlakuan pendahuluan secara kimiawi yang dapat dilakukan adalah perlakuan dengan asam, alkali, dan reagen pelarut selulosa. Perlakuan delignifikasi yang digunakan dalam penelitian ini berupa perlakuan kimiawi menggunakan NaOH dengan pengaturan konsentrasi dan lama perendaman substrat. NaOH dipilih karena larutan ini cukup efektif dalam meningkatkan hasil hidrolisis (Ghunam, dkk., 2011).

Penelitian Safrianti, dkk., (2012) menggunakan larutan NaOH sebagai pelarut yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dan lignin. Ion  $\text{OH}^-$  dari NaOH yang akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sehingga lignin akan mudah larut seperti diilustrasikan pada Gambar 2.2.

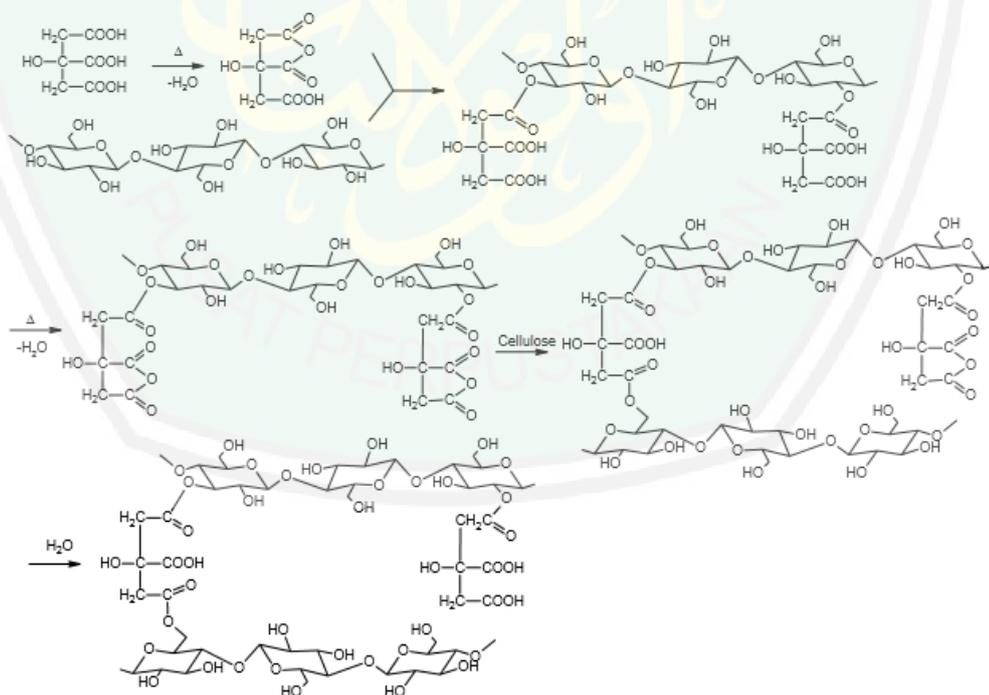


Gambar 2.2 Reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Sumber: Fenger dan Wegener, 2005)

Dengan demikian, adanya larutan NaOH sebagai pelarut yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dan lignin. Ion  $\text{OH}^-$  dari NaOH yang akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sehingga lignin akan mudah larut (Safrianti, dkk., 2012). Untuk meningkatkan daya serapan (adsorpsi) pada

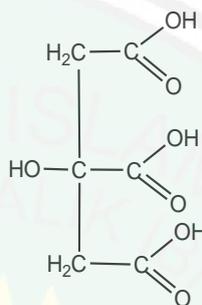
selulosa dari limbah jagung, maka perlu dilakukan tahap selanjutnya yaitu melakukan proses modifikasi oleh asam sitrat.

Modifikasi kimia adalah proses pemutusan rantai karbon dari senyawa organik dengan pemakai bahan-bahan kimia (Sembiring, 2003). Metode ini dilakukan dengan cara merendam bahan baku pada bahan kimia ( $H_3PO_4$ ,  $ZnCl_2$ ,  $CaCl_2$ ,  $K_2S$ ,  $HCl$ ,  $H_2SO_4$ ,  $NaCl$ ,  $Na_2CO_3$ ) dan diaduk dalam jangka waktu tertentu, kemudian dicuci dengan akuades selanjutnya dikeringkan. Proses ini bertujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengganggu dan menata kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Adapun mekanisme reaksi selulosa dengan asam sitrat seperti diilustrasikan pada Gambar 2.3 berikut (Wing, 1996):



Gambar 2.3 Reaksi Antara Asam Sitrat dengan Selulosa (Wing, 1996)

Asam sitrat adalah karboksilat tribasis, kristal putih, berasa kecut, dan ada dalam jeruk dan buah asam lainnya sebagai asam bebas. Asam sitrat mempunyai titik lebur =  $153^{\circ}$  dengan rumus  $(\text{HOO})\text{CH}_2\text{C}(\text{OH})(\text{COOH})\text{CH}_2(\text{COOH})$  seperti diilustrasikan pada Gambar 2.4 (Fatih, 2008).



Gambar 2.4 Rumus Molekul Asam Sitrat

Ramos, R. Leyva dkk (2011) melakukan penelitian tentang modifikasi tongkol jagung dengan asam sitrat untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi  $\text{Cd}(\text{II})$ . Hasil penelitiannya diketahui bahwa dari tongkol jagung terdapat gugus-gugus asam berupa gugus karboksilat dan gugus hidroksilat. Nilai kapasitas adsorpsi maksimum ditunjukkan ketika konsentrasi asam sitrat 1,0 mol/L pada tongkol jagung termodifikasi dan kapasitas adsorpsi tongkol jagung termodifikasi berbanding lurus dengan konsentrasi gugus karboksilat. Tongkol jagung yang termodifikasi asam sitrat terbukti mampu menurunkan kadar  $\text{Cd}(\text{II})$ .

## 2.6 Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) Pada Batang jagung

Spektrofometer Inframerah Transformasi Fourier merupakan teknik analisis kimia yang metodenya berdasarkan pada penyerapan sinar infra merah oleh molekul senyawa. Sinar IR mempunyai energi yang rendah, maka tebal sel yang dipakai lebih tipis dari pada untuk spektrofotometer yang lainnya, panjang

gelombang IR tergolong pendek, yakni 0,78 –1000  $\mu\text{m}$ , sehingga tidak mampu mentransisikan elektron, melainkan hanya menyebabkan molekul bergetar atau bervibrasi (Khopkar, 1984).

Prinsip kerja FTIR adalah energi inframerah diemisikan dari sumber kemudian berjalan melalui bagian optik dari spektrometer dan mendeteksi karakteristik vibrasi pada gugus fungsi kimia. Ketika sinar infra merah berinteraksi dengan sampel, ikatan kimia akan mengalami *stretching* (rentangan), ataupun *bending* (bengkokan) (Sastrohamidjojo,1992). Dalam penelitian ini, spektroskopi FTIR digunakan untuk menentukan gugus fungsional yang terdapat pada biomassa batang jagung.

Spektrofotometri IR memberikan puncak-puncak maksimal yang sama jelas sebaik puncak minimumnya. Spektrum absorpsi dibuat dengan bilangan gelombang pada sumbu X dan persentase transmittan (T) pada sumbu Y (Khopkar, 2003). Interpretasi spectra IR pada gambar 2.5 dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Interpretasi Spektra IR Batang Jagung (Sumber: Amegressi, dkk, 2012)

No	Frekuensi (cm-1)	Interpretasi
1	597	Anggota vinil
2	808	3 substituen benzen: 1, 2,4
3	896	CH Aromatik
4	1033	guasil CH, COH
5	1057	Vibrasi regangan
6	1157	CH aromatik
7	1266	eter, alkohol alipatik, primer, sekunder, tresier, fenol, nukleus guasil
8	1317	Rantai alipatik
9	1361	C-H asimetrik pada CH <sub>3</sub>
10	1426	Vibrasi gabungan struktu aromatisr dengan CH
11	1460	Vibrasi bengkokan asimetris CH pada metil, metilen dan metoksil
12	1512	Asimetris CH pada metil, metilen dan metoksil
13	1611	Vibrasi nukleus aromatis
14	1660	Vibration regangan. aryl-carbonyl – ketone
15	1741	Ester
16	3030	Vibrasi regangan, aromatis C-H
17	3400	Vibrasi regangan O-H

## 2.7 Atomic Adsorption Spectroscopy

Atomic adsorption spectroscopy (AAS) merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas. Analisis menggunakan AAS ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat peka, teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana, serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya. Metode serapan sangatlah spesifik, logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis, selain itu juga tidak memerlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 1990).

Prinsip AAS didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar akan memberikan energi menjadi bacaan absorpsi yang sebanding dengan konsentrasi (Vogel, 1990).

Hubungan serapan atom dengan konsentrasi dapat dinyatakan dengan hukum Lambert-Beer, yaitu:

$$\text{Log } I_0 / I = abc$$

Dimana :  $I_0$  = Intensitas mula-mula

$I$  = I intensitas sinar yang ditransmisikan

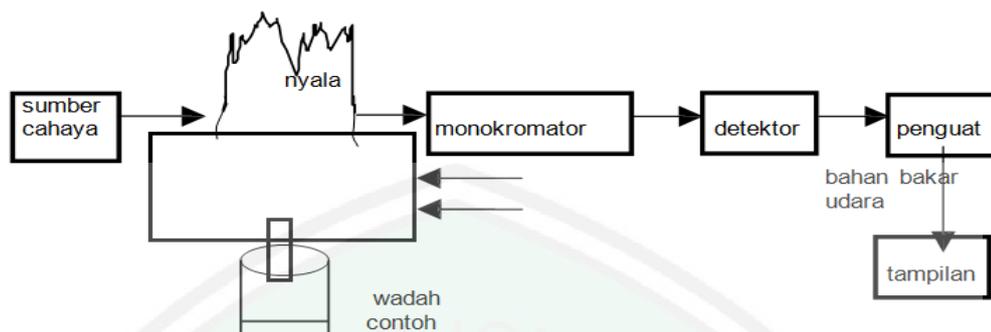
$a$  = Intensitas molar

$b$  = Tinggi tungku pembakaran

$c$  = Konsentrasi atom

Menurut Darmono (1995) cara kerja AAS ini adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya.

Alat AAS terdiri dari rangkaian dalam diagram skematik seperti diilustrasikan pada Gambar 2.6 berikut:



Gambar 2.6 Skema umum komponen pada alat AAS (sumber: Anshori, 2005)

Kondisi optimasi analisis logam besi (Fe) dengan metode nyala AAS dilakukan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas agar atom tersebut berubah ke keadaan eksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar, maka radiasi-radiasi yang diserap akan semakin banyak pula, sehingga pada kondisi optimum akan diperoleh serapan maksimal (Rohman, 2007).

Atomic adsorption spectroscopy (AAS) memiliki kondisi optimum yang perlu diperhatikan terhadap logam yang akan dianalisis. Kondisi optimum ini akan menimbulkan perubahan serapan akan lebih sensitif akibat perubahan konsentrasi peralatan AAS. Beberapa unsur dapat ditentukan dengan nyala dari campuran gas yang berbeda tetapi penggunaan bahan bakar dan oksidan yang berbeda akan memberikan sensitivitas yang berbeda pula. Banyaknya atom dalam nyala tergantung pada suhu nyala. Suhu nyala tergantung perbandingan gas bahan bakar dan oksidan. Campuran gas yang paling umum digunakan adalah Udara :

$C_2H_2$  (suhu nyala 1900 – 2000 °C),  $N_2O$  :  $C_2H_2$  (suhu nyala 2700 – 3000 °C), Udara : Propana (suhu nyala 1700 – 1900 °C) (Hasmiko, 2013).

Pada SSA nyala keberhasilan proses pengatoman bergantung pada suhu nyala yang digunakan :

1. Nyala udara-asetilen (*air-asetylena flame*). Menghasilkan suhu maksimum 2300°C
2. Nyala  $N_2O$ -asetilen (*N<sub>2</sub>O-asetylena flame*). Menghasilkan suhu maksimum 3000°C, digunakan untuk senyawa refraktori yaitu senyawa yang sukar diuraikan.
3. Nyala udara-propana menghasilkan suhu maksimum 1800°C.

Selain menggunakan campuran-campuran gas tersebut, ada juga jenis nyala yang disebut *nyala udara terbawa (entrained air flames)*. Jenis nyala ini hanya digunakan untuk keperluan khusus seperti pada teknik generasi. Penguapan (*vapor generation*). Gas bahan bakar yang digunakan adalah gas hydrogen yang diencerkan oleh gas inert seperti nitrogen atau argon (Zahira, 2010).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan oktober 2017 sampai bulan Februari 2018 di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

##### **3.2.1 Sampel**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah hasil pekerjaan di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang kategori limbah logam dan batang jagung yang diambil di daerah Gasek Karangbesuki Sukun Malang.

##### **3.2.2 Bahan Kimia**

Aquades, NaOH, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, indikator pp, asam sitrat, HCl, NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dan HNO<sub>3</sub>.

##### **3.2.3 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat gelas laboratorium, kertas/kain saring, ayakan 70-100 Mesh, neraca analitik, *hot Plate*, magnetik stirer, alu mortar, spatula, shaker, reflux, FTIR, dan AAS.

### 3.3 Tahapan Penelitian

^ Tahapan dalam pelaksanaan penelitian ini adalah :

1. Pembuatan biosorben
2. Karakterisasi batang jagung menggunakan FTIR
3. Penentuan konsentrasi gugus aktif
4. Aplikasi batang jagung sebagai biosorben

### 3.4 Cara Kerja

#### 3.4.1 Pembuatan Biosorben

##### 3.4.1.1 Preparasi Batang Jagung (Safrianti, dkk., 2012)

Sampel batang jagung dikeringkan dibawah sinar matahari hingga batang jagung mengering. Sampel yang sudah kering kemudian digiling halus.

##### 3.4.1.2 Delignifikasi Batang Jagung (Safrianti, dkk., 2012)

Serbuk batang jagung ditimbang sebanyak 30 gram kemudian direndam kedalam 600 mL larutan NaOH 3% dengan sesekali proses pengadukan selama 2 jam untuk memutuskan lignin dari lignoselulosa, setelah itu didiamkan selama 1 jam kemudian dicuci dengan aquades sampai netral, selanjutnya serbuk jagung dikeringkan dengan oven pada suhu 70°C sampai kering.

##### 3.4.1.3 Modifikasi dengan Penambahan Larutan Asam Sitrat (Ramos, R., Leyva, dkk., 2012)

Serbuk batang jagung diambil 10 gram dan dicampurkan kedalam 200 ml larutan asam sitrat dengan variasi konsentrasi asam sitrat 0,5; 1,0; dan 1,5 M. Larutan yang berisi batang jagung dipanaskan selama 2 jam dengan dijaga suhunya pada 60°C. Selanjutnya larutan yang berisi batang jagung didinginkan,

kemudian larutan dipisahkan dari batang jagung dan serbuk batang jagung dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam. Kemudian suhu dinaikkan sampai 120°C selama 3 jam dan selanjutnya dibiarkan dingin. Batang jagung yang telah dimodifikasi dicuci beberapa kali dengan menggunakan aquades sampai pH netral. Terakhir batang jagung dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam.

#### **3.4.2 Karakterisasi Batang Jagung Menggunakan FTIR (Safrianti, dkk., 2012)**

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi. Adsorben yang dikarakterisasi menggunakan FTIR adalah adsorben original (AO), adsorben terdelignifikasi (AD), dan termodifikasi asam sitrat (AMAS 0,5 M); (AMAS 1,0 M); (AMAS 1,5 M).

Hasil pengujian FTIR berupa grafik bilangan gelombang versus % transmittan, kemudian hasil disinkronkan dengan tabel gugus fungsi pada text book untuk mengamati pengaruh perlakuan terhadap gugus fungsi (gugus yang hilang dan yang terbentuk).

#### **3.4.3 Penentuan Konsentrasi Gugus Aktif (Goertzen, 2010 dan Amiruddin, 2016)**

Konsentrasi sifat asam batang jagung sebelum dan setelah termodifikasi ditentukan menggunakan metode titrasi asam basa. Total situs basa dinetralkan dengan larutan 0,05 N HCl, dan totalsitus asam termasuk gugus karboksil, hidroksil, dan lakton dinetralkan dengan larutan 0,05 N NaOH. Gugus karboksil

dinetralkan dengan larutan 0,05 N  $\text{NaHCO}_3$  dan kedua gugus karboksil dan lakton dinetralkan menggunakan larutan 0,05 N  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Kemudian, gugus hidroksil dihitung dengan mengurangi gugus karboksil dan lakton dari seluruh gugus yang mengandung asam.

Gugus basa ditentukan dengan menuangkan 50 mL larutan 0,05 N HCl dan 0,5 gr dari variasi batang jagung kedalam erlenmeyer yang berbeda. Erlenmeyer tersebut dibiarkan selama 24 jam. Kemudian diaduk secara manual tiga kali sehari. Terakhir, sampel tersebut diambil 10 mL dan dititrasi dengan larutan 0,05 N NaOH. Semua perlakuan dilakukan tiga kali dan hasilnya adalah nilai rata-ratanya. Penentuan blanko juga dilakukan sesuai prosedur di atas tetapi tidak menggunakan variasi batang jagung dan tidak lupa mencatatnya.

Gugus asam ditentukan dengan menuangkan 50 mL larutan 0,05 N NaOH, 0,05 N  $\text{NaHCO}_3$ , 0,05 N  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan 0,5 gr dari variasi batang jagung kedalam erlenmeyer yang berbeda. Erenmeyer tersebut dibiarkan selama 24 jam. Kemudian diaduk secara manual tiga kali sehari. Terakhir, sampel tersebut diambil 10 mL dan dititrasi dengan larutan 0,05 N HCl atau 0,05 N NaOH sesuai yang dibutuhkan. Semua perlakuan dilakukan tiga kali dan hasilnya adalah nilai rata-ratanya. Penentuan blanko juga dilakukan sesuai prosedur di atas tetapi tidak menggunakan variasi batang jagung dan tidak lupa mencatatnya.

Penentuan konsentrasi situs aktif baik karboksil, lakton, dan hidroksil dapat ditentukan dengan menggunakan rumus di bawah ini:

- a. Analisa Gugus Asam
  - 1) meq gugus karboksil:

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{NaHCO}_3} N_{\text{NaHCO}_3} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

2) meq gugus karboksil+ meq gugus lakton

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{CO}_3} N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

meq gugus lakton = meq gugus (Karboksil+lakton) – meq gugus karboksil

3) meq gugus hidroksil

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{NaOH}} N_{\text{NaOH}} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

meq gugus hidroksil = (x) – meq gugus karboksil- meq gugus lakton

b. Analisa Gugus Basa

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_s N_s - (C_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} - C_{\text{HCl}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

Asumsi yang digunakan:

1.  $\text{NaHCO}_3$  menetralkan gugus karboksil.
2.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menetralkan gugus karboksil dan lakton.
3.  $\text{NaOH}$  menetralkan gugus karboksil, lakton dan hidroksil.
4.  $\text{HCl}$  menetralkan gugus basa total.

### 3.4.4 Aplikasi Batang Jagung Sebagai Biosorben

#### 3.4.4.1 Analisis Limbah Cair Laboratorium Menggunakan AAS (Yusniyyah, 2017)

Diambil limbah logam berat Limbah logam sebanyak 2 L dimasukkan dalam beaker glass, kemudian diaduk hingga homogen. Selanjutnya limbah logam

ditambahkan NaOH untuk mengendapkan logam tersebut. Sebelum dialisis dengan AAS filtrate hasil adsorpsi didestruksi dengan 10 mL HNO<sub>3</sub> 65% dan dipanaskan pada suhu 100 °C hingga larutan jernih. Proses pendestruksi dilakukan menggunakan reflux untuk menghindari penguapan zat yang didestruksi. kemudian larutan disaring dan dianalisis dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*)

#### **3.4.4.2 Penentuan Adsorben Terbaik untuk Menurunkan Kadar Fe (Modifikasi Ramos, R., Leyva, dkk., 2012)**

Konsentrasi Fe awal dan akhir ditentukan menggunakan AAS. Penentuan konsentrasi Fe setelah diadsorb dilakukan dengan cara diambil 0,05 gr serbuk batang jagung dimasukkan ke dalam erlenmeyer berukuran 250 mL. Kemudian ke dalam masing-masing erlenmeyer tersebut ditambahkan 100 mL larutan limbah logam yang mengandung Fe. Selanjutnya dishaker dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Larutan limbah yang mengandung Fe yang telah diinteraksikan dengan adsorben kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 42. Konsentrasi Fe pada filtrat ditentukan menggunakan AAS. Semua perlakuan dilakukan secara triplo pada 5 macam adsorben yaitu: adsorben original (AO), adsorben terdelignifikasi (AD), dan termodifikasi asam sitrat (AMAS 0,5 M); (AMAS 1,0 M); (AMAS 1,5 M).

Data yang diperoleh dari penentuan adsorben terbaik adalah konsentrasi mula-mula limbah logam sebelum diadsorpsi dengan variasi batang jagung dan konsentrasi akhir sesudah dimodifikasi dengan variasi batang jagung. Untuk mengetahui adsorben terbaik adalah dengan cara:

$$\text{Kadar Fe} = \text{konsentrasi awal limbah} - \text{konsentrasi akhir limbah}$$

Dimana pengurangan kadar Fe paling banyak mengindikasikan bahwa proses adsorpsi yang terjadi itu berlangsung paling baik pada salah satu dari beberapa adsorben yang ada sehingga pada adsorben tersebut bisa dikatakan sebagai adsorben terbaik. Hasil dari pengujian tersebut direncanakan seperti Tabel 3.2 berikut:

Tabel 3.2 Penentuan adsorben terbaik

Jenis Adsorben	Konsentrasi Awal ( $C_0$ )	Konsentrasi Akhir ( $C_1$ )
Original (AO)		
Delignifikasi (AD)		
Modifikasi asam sitrat 0,5 M (AMAS 0,5)		
Modifikasi asam sitrat 1,0 M (AMAS 1,0)		
Modifikasi asam sitrat 1,5 M (AMAS 1,5)		

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Metode adsorpsi pada penelitian ini digunakan untuk menurunkan kadar logam Fe pada limbah logam berat laboratorium dengan menggunakan biosorben batang jagung. Tahapan penelitian ini meliputi: Preparasi, delignifikasi, modifikasi, karakterisasi batang jagung, preparasi sampel limbah dan destruksi, dan penentuan adsorben terbaik.

#### **4.1 Pembuatan Biosorben**

Pembuatan biosorben batang jagung dilakukan melalui 3 tahap, yaitu: tahap preparasi, tahap delignifikasi dan tahap modifikasi.

##### **4.1.1 Preparasi Batang jagung**

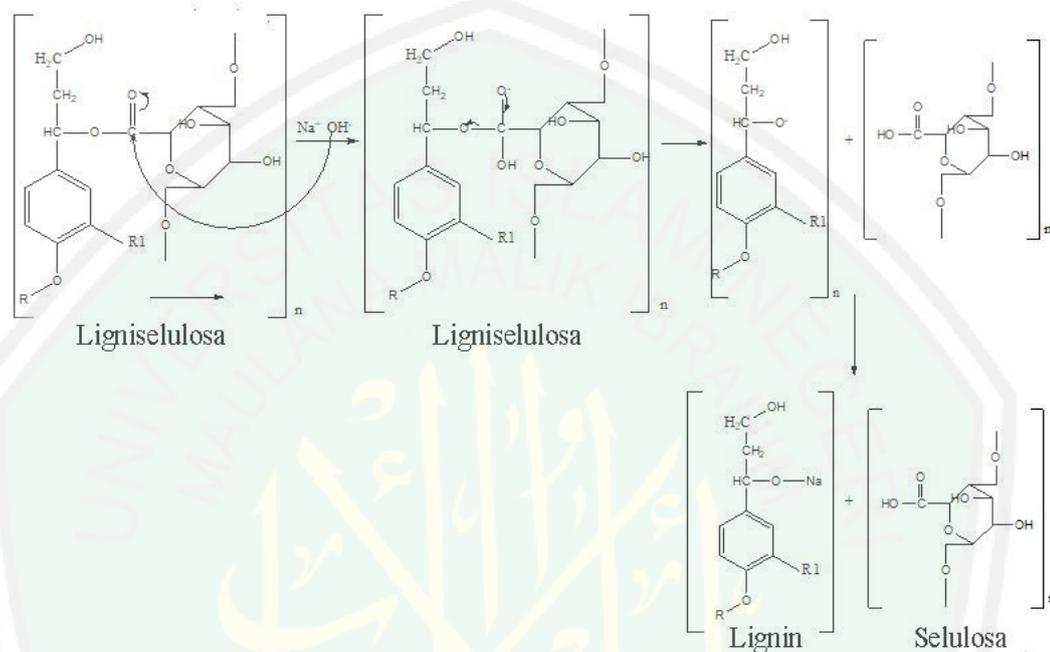
Preparasi yang dilakukan melalui proses dehidrasi. Proses dehidrasi dilakukan untuk menghilangkan kadar air pada batang jagung dengan cara menjemurnya dibawah sinar matahari sampai kering yang kemudian akan digiling sampai halus.

##### **4.1.2 Delignifikasi Batang Jagung**

Tahap selanjutnya yang harus dilakukan pada penelitian ini adalah proses delignifikasi batang jagung. Ikatan ester pada kompleks ligniselulosa bersifat lemah terhadap perlakuan basa. Ion  $\text{OH}^-$  dari NaOH akan memutuskan ikatan ester, sedangkan ion  $\text{Na}^+$  akan berikatan dengan gugus fenolik yang terputus

membentuk garam yang mudah larut dalam air, sehingga lignin pun ikut terlarut.

Mekanisme pemutusan lignin dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Fengel dan Wegener, 1995 dalam Safrianti, 2012)

Pemutusan ikatan lignin diawali oleh penyerangan atom H yang terikat pada gugus OH fenolik oleh ion hidroksi ( $\text{OH}^-$ ) dari NaOH. Atom H pada bagian tersebut bersifat asam karena berikatan dengan atom O yang memiliki keelektronegatifan besar. Atom O akan menarik elektron pada atom H, sehingga atom H akan bermuatan positif dan mudah lepas menjadi ion  $\text{H}^+$ . Reaksi selanjutnya adalah pemutusan ikatan aril-eter dan karbon-karbon.

Berdasarkan hasil delignifikasi pada Tabel 4.1 menunjukkan adanya pengurangan massa biosorben yang signifikan.

Tabel 4.1 Penurunan berat biomassa pada proses delignifikasi

Berat sebelum delignifikasi	Berat sesudah delignifikasi
30 gram	24,5 gram

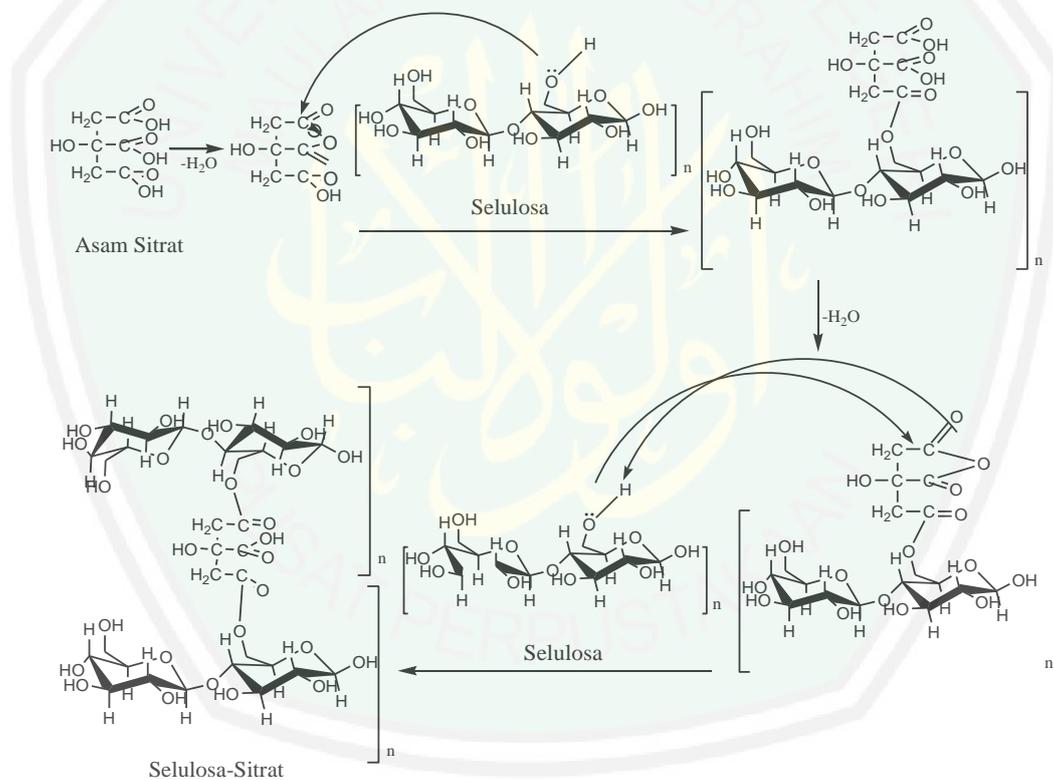
Hasil tersebut mengindikasikan bahwa lignin yang larut dapat dilihat dari berkurangnya massa batang jagung dan perubahan warna yang lebih cerah setelah proses delignifikasi. Pengurangan massa biosorben disebabkan oleh adanya intraksi yang terjadi antara biosorben batang jagung dengan larutan NaOH 3%. Safrianti (2012) mengungkapkan bahwa penggunaan larutan NaOH bertujuan untuk memisahkan selulosa dengan lignin, sehingga dapat menyerang dan merusak struktur lignin pada bagian yang mudah lepas serta memisahkan bagian hemiselulosanya. Kompleksitas pada struktur ligniselulosa menyebabkan gugus aktif  $-OH$  menjadi sedikit dan tertutup oleh bagian-bagian alkil dari lignin. Selain itu, ion  $-OH$  dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan lignin sehingga lignin akan mudah larut.

#### 4.1.3 Modifikasi Batang Jagung Menggunakan Asam Sitrat

Proses modifikasi batang jagung dilakukan dengan menggunakan asam sitrat yang bertujuan untuk menambah gugus aktif (karboksil, lakton, dan hidroksil) dalam selulosa yang aktif terhadap logam, sehingga diharapkan semakin banyak gugus aktif maka akan semakin meningkat ikatan gugus aktif tersebut dengan ion logam.

Reaksi yang terjadi dalam campuran asam sitrat dan batang jagung adalah reaksi esterifikasi. Interaksi antara batang jagung dan asam sitrat diharapkan asam sitrat akan masuk pada permukaan batang jagung secara homogen sehingga

esterifikasi bisa terjadi secara sempurna pada biomassa. Aktivator asam sitrat mampu berikatan dengan senyawa selulosa pada batang jagung. Hal ini terjadi akibat adanya pasangan elektron bebas (PEB) pada atom O<sup>-</sup> selulosa yang menyerang atau berikatan langsung dengan atom C-6 pada asam sitrat. Selain itu, penambahan asam sitrat pada serbuk batang jagung memberikan dampak terjadinya reaksi esterifikasi berlangsung dimulai dari O<sup>-</sup> pada atom C-6 selulosa yang bersifat elektrofil dan membentuk senyawa selulosa sitrat. Adapun dugaan mekanisme reaksi yang terjadi terlihat seperti pada Gambar 4.2.



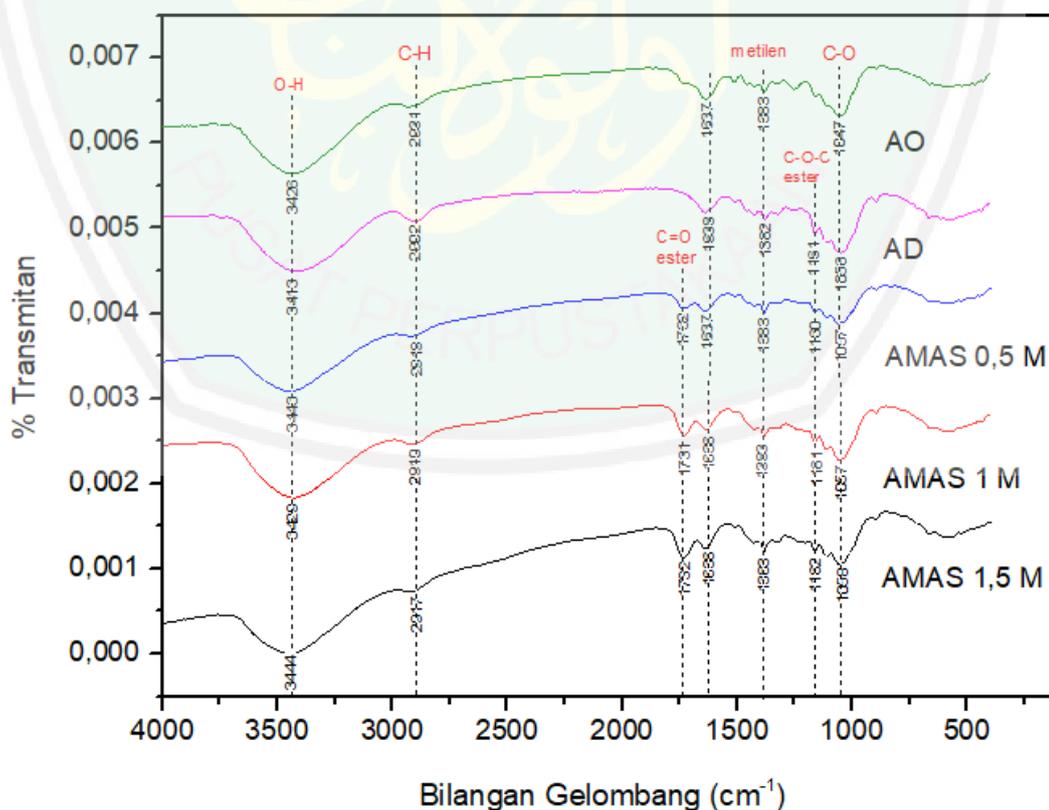
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi antara Asam sitrat dengan Selulosa (Thank, 2009)

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa adanya gugus hidroksil (-OH) pada senyawa selulosa yang berikatan dengan senyawa asam sitrat yang mana selulosa memiliki ikatan hidrogen yang kuat untuk menstabilkan senyawa pada rantai panjangnya, sehingga membentuk senyawa dengan ikatan yang sukar

dilepas. Sementara itu, keberadaan modifikator asam sitrat memberikan kelebihan pada selulosa untuk lebih memperbanyak situs aktif yang telah ada, sehingga daya adsorpsinya juga semakin besar. Hal tersebut diperkuat dengan penelitian Ramos, L, R., *et.al* (2012) yang menyatakan bahwa tongkol jagung yang dimodifikasi dengan asam sitrat dapat menurunkan kadar limbah Cr (IV) sebesar 96,13%, sementara tongkol jagung biasa (tanpa modifikasi asam sitrat) hanya dapat menurunkan kadar limbah Cr (IV) sebesar 22,83%.

#### 4.2 Karakterisasi Batang Jagung Menggunakan FTIR

Spektrum batang jagung original (AO), batang jagung terdelignifikasi (AD) dan batang jagung termodifikasi (AMAS) 0,5M; 1M dan 1,5M ditunjukkan pada Gambar 4.3 berikut.



Gambar 4.3 Spektra IR Batang Jagung Semua Variasi

Spektrum adsorben alami menunjukkan ikatan hidrogen O-H *stretching band* yang sangat kuat dan melebar pada bilangan gelombang  $3426\text{ cm}^{-1}$ , ikatan uluran C-H alifatik muncul pada bilangan gelombang  $2931\text{ cm}^{-1}$ , ikatan C-O eter pada  $1047\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang  $1637\text{ cm}^{-1}$ . Sebuah *vibration bending* C-O-H selulosa terlihat pada bilangan gelombang  $1251\text{ cm}^{-1}$ . Metilen terdapat pada bilangan gelombang  $1383\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya lakton. Hasil spektrum inframerah dengan jelas menunjukkan bahwa gugus fungsional yang terdapat pada batang jagung original yaitu alkohol, eter, lakton, karboksil dan hidroksil.

Spektrum adsorben terdelignifikasi mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang  $3413\text{ cm}^{-1}$ , ikatan C-H *stretching* pada bilangan gelombang  $2902\text{ cm}^{-1}$ , ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang  $1638\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan C-O-C terlihat pada bilangan gelombang  $1161\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada  $1056\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, aromatis dan eter.

Spektrum adsorben termodifikasi asam sitrat 0,5 M mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang  $3443\text{ cm}^{-1}$ , ikatan O-H *stretching* asam karboksil pada bilangan gelombang  $2919\text{ cm}^{-1}$ , ikatan C=O ester  $1732\text{ cm}^{-1}$ , ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang  $1637\text{ cm}^{-1}$ , ikatan *bending* asam karboksil  $1425\text{ cm}^{-1}$ , ikatan vibrasi bengkok C-O-H selulosa terlihat pada bilangan gelombang  $1160\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada  $1057\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, ester, aromatis, lakton dan eter.

Spektrum adsorben termodifikasi asam sitrat 1 M mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang  $3429\text{ cm}^{-1}$ , ikatan O-H *stretching* asam karboksil pada bilangan gelombang  $2910\text{ cm}^{-1}$ , ikatan lakton  $1731\text{ cm}^{-1}$ , ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang  $1536\text{ cm}^{-1}$ , ikatan *bending* asam karboksil  $1425\text{ cm}^{-1}$ , ikatan vibrasi bengkok C-O-H selulosa terlihat pada bilangan gelombang  $1204\text{ cm}^{-1}$  dan  $1161\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada  $1057\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, ester, aromatis, lakton dan eter.

Spektrum adsorben termodifikasi asam sitrat 1,5 M mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang  $3444\text{ cm}^{-1}$ , ikatan O-H *stretching* asam karboksil pada bilangan gelombang  $2917\text{ cm}^{-1}$ , ikatan C=O ester  $1732\text{ cm}^{-1}$ , ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang  $1636\text{ cm}^{-1}$ , ikatan *bending* asam karboksil  $1427\text{ cm}^{-1}$ , ikatan vibrasi bengkok C-O-H selulosa terlihat pada bilangan gelombang  $1204\text{ cm}^{-1}$  dan  $1162\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada  $1058\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, ester, aromatis, lakton dan eter. Hasil dari spektra adsorben batang jagung dapat dikonfirmasi menggunakan interpretasi spektra FTIR pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR batang jagung

No.	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis Vibrasi	Intensitas
1	3433	Ikatan -OH	Menurun
2	2926	Ikatan Uluran -CH alifatis	Meningkat
3	1734	Ikatan C=O ester	Sedang
4	1638	Ikatan C=C aromatis	Menurun
5	1249	Ikatan C-H selulosa	Sama lemah
6	1159	Ikatan uluran CH-OH	Sama lemah
7	1052	Ikatan C-O eter	Menurun

Gugus karboksil telah berikatan dengan batang jagung selama perlakuan kimiawi dengan asam sitrat karena dengan jelas ditunjukkan adanya gugus fungsi karboksil, hidroksil dan lakton pada spektra. Gugus hidroksil ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $3634\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan hidrogen OH stretching band yang kuat dan lebar. Sementara gugus karboksil ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $3634 - 3465\text{ cm}^{-1}$  yaitu OH dan pada bilangan gelombang  $1733 - 1736\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus C=O karbonil. Sedangkan gugus lakton ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $1733 - 1736\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus C=O karbonil, pada bilangan gelombang  $1050 - 1059\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus C-O *stretching band*, dan juga pada bilangan gelombang  $1383\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus metilen. Adapun hasil dari semua variasi biosorben modifikasi dengan asam sitrat menunjukkan adanya gugus baru berupa ester yang ditandai dengan munculnya serapan pada panjang gelombang  $1731 - 1732\text{ cm}^{-1}$ . Hal tersebut sesuai dengan penelitian Ramos (2012), Mahbubah (2016) dan Wen (2017).

#### 4.3 Penentuan Konsentrasi Gugus Aktif Batang Jagung (*Zea mays L.*)

Penentuan konsentrasi gugus aktif adsorben batang jagung dilakukan menggunakan metode titrasi asam basa (Boehm, 1994). Berikut Tabel 4.3 menunjukkan konsentrasi gugus aktif hidroksil, karboksil dan lakton.

Tabel 4.3 Konsentrasi Gugus aktif Batang Jagung (*Zea mays L.*)

Variasi Batang Jagung	Gugus Asam (meq/gram)			Gugus Basa (Meq/gram)	
	Hidroksil	Karboksil	Lakton	Total asam	Total basa
AO	2	2	1	5	2,75
AD	2,75	2,5	0	5,25	2,25
AMAS 0,5 M	2	1,75	1	4,75	1,5
AMAS 1 M	2,6	1,5	0,5	4,6	1
AMAS 1,5 M	1	1,5	1	3,5	0,5

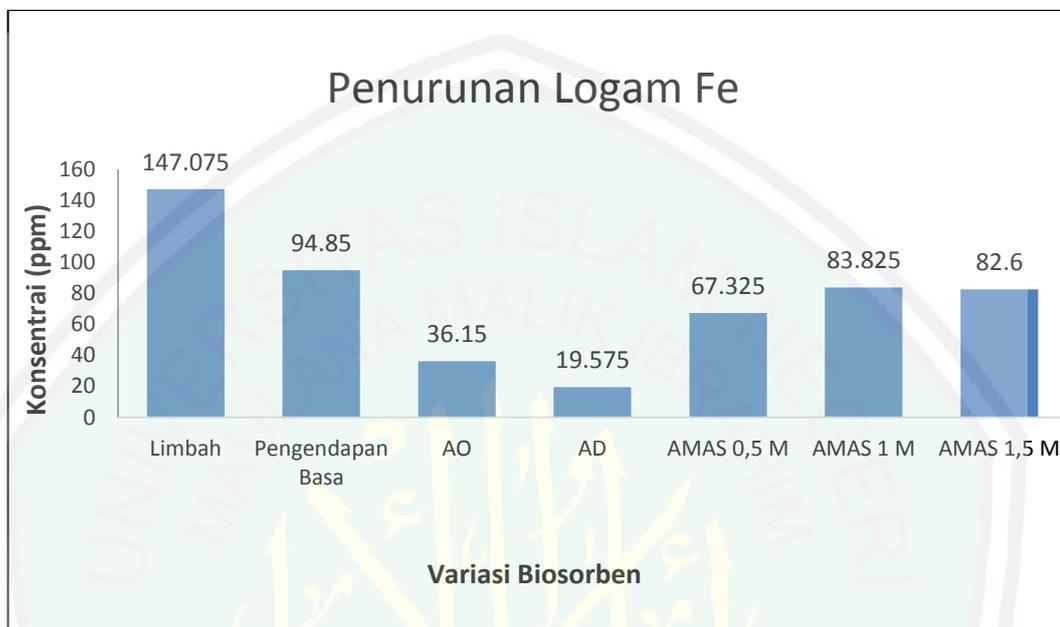
Keterangan: Batang Jagung Alami (AO), Batang Jagung Terdelignifikasi (AD), Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat 0,5 M (AMAS 0,5 M), Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat 1M (AMAS 1 M), Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat 1,5 (AMAS 1,5 M).

Tabel tersebut menunjukkan bahwa situs asam total terbanyak pada batang jagung terdelignifikasi sebesar 5,25 meq/gram. Total situs asam total terkecil adalah batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 M (AMAS 1,5M) sebesar 3,5 meq/gram. Sedangkan total basa menunjukkan bahwa situs basa total terbesar pada batang jagung original (AO) sebesar 2,75 meq/gram sedangkan situs basa total terkecil terletak pada batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 M (AMAS 1,5M) sebesar 0,5 meq/gram.

#### 4.4 Penentuan Adsorben Terbaik untuk Menurunkan Kadar Fe

Limbah logam Fe mempunyai kadar toksisitas tinggi sebelum diolah melalui IPAL. Kadar limbah ini diketahui menggunakan analisis spektrofotometer serapan atom. Limbah logam ini didestruksi menggunakan  $\text{HNO}_3$  p.a. yang dilakukan secara terbuka menggunakan pemanasan *hotplate* dalam lemari asam. Proses destruksi dilakukan untuk mengubah senyawa menjadi unsur atom-atom

yang lebih kecil sebelum dianalisis menggunakan AAS. Berikut hasil pengukuran penurunan logam Fe setelah proses adsorpsi seperti pada Grafik 4.2



Grafik 4.2 Penurunan Logam Fe setelah proses adsorpsi

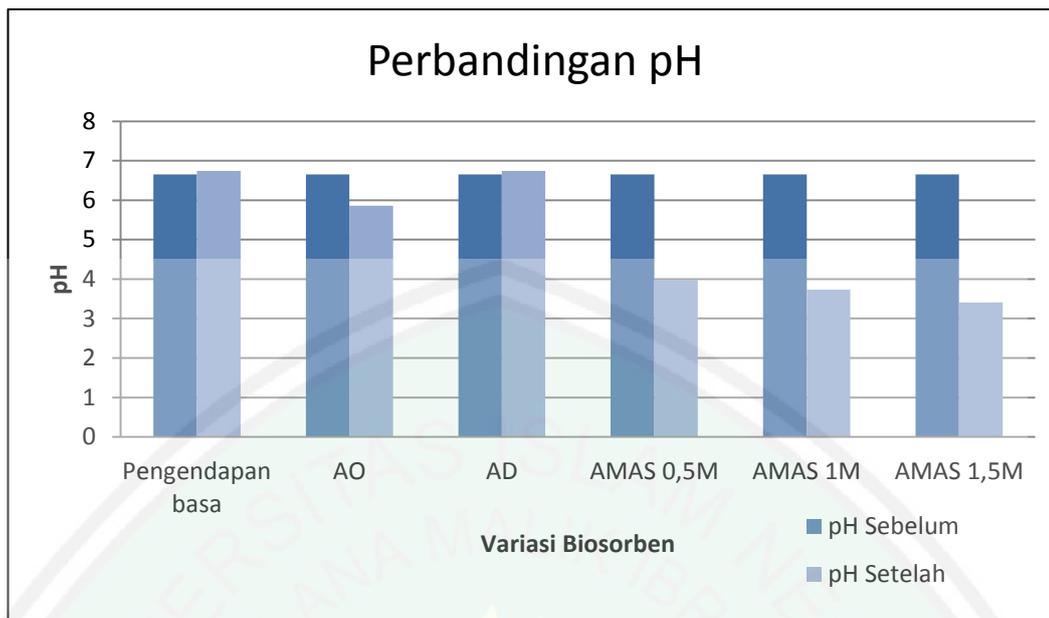
Grafik 4.2 menunjukkan bahwa konsentrasi logam besi (Fe) dalam limbah cair laboratorium kimia sebesar 94,85 ppm. Adsorpsi maksimum terjadi pada batang jagung yang terdelignifikasi dengan konsentrasi 19,575 ppm dan persentase penurunan kadar Fe sebesar 75,275%. Sedangkan adsorpsi minimum terjadi pada batang jagung termodifikasi asam sitrat 1 M dengan konsentrasi 83,825 ppm dan persentase penurunan kadar Fe sebesar 11,025%. Hasil tersebut mengindikasikan bahwa semakin besar total asam pada gugus fungsi maka penurunan konsentrasi kadar logam juga semakin besar. Kompetisi ion logam dalam limbah cair laboratorium juga mempengaruhi kemampuan pengikatan ion logam oleh gugus ester pada biosorben batang jagung.

Pengukuran pH dilakukan untuk mengetahui apakah ada perbedaan antara pH sebelum proses adsorpsi dengan pH setelah proses adsorpsi yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Berikut hasil pengukuran pH limbah dan pH interaksi antara limbah dan adsorben disajikan pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Hasil Pengukuran pH

No	Variasi Biosorben	pH Sebelum Adsorpsi	pH Setelah Adsorpsi
1.	Pengendapan basa	6,65	6,74
2.	AO	6,65	5,86
3.	AD	6,65	6,74
4.	AMAS 0,5M	6,65	3,98
5.	AMAS 1M	6,65	3,73
6.	AMAS 1,5M	6,65	3,41

Proses adsorpsi ion logam berat oleh biomassa salah satunya dipengaruhi oleh pH. Tabel 4.4 menjelaskan bahwa konsentrasi limbah dikondisikan pada pH 6,65 yang berarti limbah bersifat netral. Kemudian, hasil interaksi antara batang jagung dengan limbah menunjukkan perubahan nilai pH. Kenaikan pH batang jagung terjadi pada batang jagung terdelignifikasi yaitu menjadi 6,74. Penurunan pH batang jagung terjadi pada batang jagung original menjadi 5,86; pada batang jagung modifikasi asam sitrat 0,5 M menjadi 3,98; asam sitrat 1 M menjadi 3,73; dan pada asam sitrat 1,5 M menjadi 3,41. Berikut perbandingan pH ditampilkan pada Grafik 4.3



Grafik 4.3 Perbandingan pH limbah sebelum adsorpsi dan pH setelah adsorpsi

Penurunan pH yang terjadi mengindikasikan bahwa pada batang jagung terdelignifikasi dimungkinkan masih dalam kondisi netral saat proses adsorpsi, sehingga pada proses adsorpsi mengalami penurunan kadar logam Fe tertinggi, sedangkan terjadi penurunan pada semua batang jagung termodifikasi asam sitrat, penurunan paling tinggi terjadi pada batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 M yaitu menjadi pH 3,41. Penurunan tersebut diindikasikan bahwa pada batang jagung termodifikasi asam sitrat masih mengandung asam sehingga terjadi tolak menolak yang mengakibatkan penurunan kadar Fe.

#### 4.5 Pemanfaatan Batang Jagung (*Zea mays. L*) dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah menciptakan alam semesta beserta isinya mempunyai manfaat masing-masing bagi kehidupan manusia. Tumbuhan merupakan salah satu makhluk ciptaan Allah SWT yang memiliki banyak manfaat. Salah satu tumbuhan yang memiliki banyak manfaat adalah tumbuhan jagung. Tak hanya

buahnya, mulai dari akar sampai daunnya pun bisa dimanfaatkan untuk kehidupan sehari-hari. Hal ini membuktikan kebesaran Allah SWT bahwa limbah batang jagung yang sudah kering yang biasanya dibakar atau dibuat bahan pakan ternak dapat dimanfaatkan kembali sebagai adsorben untuk menurunkan kadar logam besi (Fe). Sebagaimana Allah SWT menyatakan hal tersebut dalam surah al-An'am (6) : 95:

إِنَّ اللَّهَ فَالِقُ الْحَبِّ وَالنَّوَىٰ ۖ يُخْرِجُ الْحَيَّ مِنَ الْمَيِّتِ وَيُخْرِجُ الْمَيِّتَ مِنَ الْحَيِّ ۚ ذَٰلِكُمْ اللَّهُ ۗ فَآيَىٰ تُؤَفِّكُونَ ﴿٩٥﴾

“*Sesungguhnya Allah menumbuhkan butir tumbuh-tumbuhan dan biji buah-buahan. Dia mengeluarkan yang hidup dari yang mati dan mengeluarkan yang mati dari yang hidup. (Yang memiliki sifat-sifat) demikian ialah Allah, maka mengapa kamu masih berpaling*”

Surah al-An'am (6) : 95 di atas dengan jelas menyatakan bahwa Allah memberitahukan, bahwa Dia menumbuhkan biji dan benih tumbuh-tumbuhan. Artinya, Allah membelahnya di dalam tanah (yang lembab), kemudian dari biji-bijian tersebut tumbuhlah berbagai jenis tumbuh-tumbuhan, sedangkan dari benih-benih itu (tumbuhlah) buah-buahan dengan berbagai macam warna, bentuk dan rasa yang berbeda. Oleh karena itu firman Allah: *faaliqul habbi wan nawaa* Ditafsirkan dengan firman-Nya: *yukhrijul hayya minal mayyiti wa mukhrijul mayyiti minal hayyi* yang bermakna bahwa Allah SWT menumbuhkan tumbuh-tumbuhan yang hidup dari biji dan benih, yang merupakan benda mati tumbuh-tumbuhan keluar (tumbuh dari benda mati), artinya bahwa tumbuhan yang telah matipun dapat dimanfaatkan kembali untuk sesuatu yang lebih berguna.

Sesungguhnya Allah SWT menciptakan sesuatu tidak ada yang sia-sia, sebagaimana firman Allah SWT dalam surah Shaad (38) : 27 yang berbunyi :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ  
النَّارِ ﴿٣٨﴾

*“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan sia-sia (tanpa hikmah). Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”*

Surah Shaad (38) : 27 di atas menjelaskan bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT adalah tanpa sia-sia baik itu tumbuh-tumbuhan dan lain sebagainya yang bisa dimanfaatkan oleh setiap makhluknya untuk bisa menjadi bahan renungan bagi makhluknya khususnya manusia. Sebagaimana limbah batang jagung kering yang biasanya dibuang atau dibakar dapat dimanfaatkan sebagai biosorben yang mampu mengadsorpsi limbah logam Fe.

Ayat di atas memberikan penjelasan bahwa tidak ada sesuatu yang ada di muka bumi ini tidak bermanfaat dan berhikmah. Hal tersebut sesuai dengan hasil pemanfaatan batang jagung sebagai biosorpsi untuk menurunkan kadar limbah logam besi (Fe). Terbukti batang jagung terdelignifikasi mengalami penyerapan tertinggi yaitu 19,575 ppm yang di harapkan persentase tersebut bisa memberikan gambaran bahwa limbah logam besi (Fe) yang mencemari lingkungan dan mempunyai nilai toksisitas tinggi bisa diatasi atau diminimalisir dengan menggunakan metode adsorpsi menggunakan batang jagung. Dengan demikian informasi tersebut akan bermanfaat dan menjadi rujukan masyarakat tentang pemanfaatan batang jagung ataupun penanganan terhadap pencemaran limbah logam.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

1. Biosorben terbaik untuk menurunkan konsentrasi limbah cair logam Fe terdapat pada variasi biosorben batang jagung terdelignifikasi NaOH 3% (AD) sebesar 19,575 ppm.
2. Karakteristik biosorben dari hasil spektra IR menunjukkan bahwa adanya gugus O-H stretching pada bilangan gelombang 3413 - 3444  $\text{cm}^{-1}$ , gugus C-H  $\text{sp}^3$  (2902 – 2931  $\text{cm}^{-1}$ ), gugus C=O ester (1731 - 1732  $\text{cm}^{-1}$ ), gugus metilen (1382 – 1383  $\text{cm}^{-1}$ ), gugus C-O-H (1251-1257  $\text{cm}^{-1}$ ), gugus C-O-C (1160-1162  $\text{cm}^{-1}$ ), dan gugus C-O (1047 – 1058  $\text{cm}^{-1}$ ).

#### 5.2 Saran

Beberapa saran untuk penelitian ini agar selanjutnya lebih maksimal antara lain:

1. Ukuran partikel dapat divariasikan lagi.
2. Proses delignifikasi biosorben perlu dibuat variasi konsentrasi NaOH.
3. Proses modifikasi biosorben perlu dibandingkan dengan asam lain semisal  $\text{H}_2\text{SO}_4$
4. Variasi konsentrasi pada asam sitrat perlu diperbanyak.
5. Adanya Variasi pH sebelum dan sesudah proses adsorpsi

## DAFTAR PUSTAKA

- Anshori, J. 2015. *Materi Ajar Spektometri Serapan Atom*. Bandung: Unpad Press.
- Amegressi, 2012. Kinetic Study Of The Adsorption Of Ethylene On Shoot Of Corn Blue. *Journal Mater Environ Science*, 3 (4): 744-753
- Bansal, R. C. 2005. *Activated carbon adsorption*. New York: Taylor & Francis Group.
- Bernasconi, G.,H.Gerster, H.Hawster, H.Stauble dan E. Schneiter. 1995. *Teknologi Kimia bagian 2. (Alih bahasa: Lienda Handojo)*. Jakarta: PT. Pradnya Paramita
- Bortolli, A., Gerotto, M., Machoiro, M., Palonta, T., Attioli. 1995. *Analytical Problems in Mercury Analysis of Seafood*. Ann, 1<sup>st</sup>. Sanita. 31: 359-362
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhhluk Hidup*. Jakarta: UI Press.
- Daud, dkk. 2010. *Eksploring of Argo Waste (Pinapple Leaf, Corn Stalk, and Napier Grass) by Chamilical Composition and Morphological Study*. *Perr-Reviewer Article*.
- Fatih. 2008. *Kamus Kimia*. Panji Pustaka: Yogyakarta.
- Fieser, F.L. 1960. *Advanced Organic chemistry*, Reinhold Publishing Co. New York, USA
- Ghunam, Wayan. dkk. 2011. *Pengaruh Perlakuan Delignifikasi dengan Larutan NaOH dan Konsentrasi Substrat Jerami Padi terhadap Produksi Enzim Selulase dari Aspergillus niger NRRL A-II, 264*. *Jurnal Biologi*. Volume 15. Nomor 1: 55 – 61.
- Hasmiko, A. 2013. *3 Proses Atomisasi pada SSA*. [Online]. Tersedia: [anggahasmiko.blogspot.com/2013/05/3-proses-metode-atomisasi-pada-ssa.html](http://anggahasmiko.blogspot.com/2013/05/3-proses-metode-atomisasi-pada-ssa.html). [4 Juli 2015]
- Istighfari, D., dkk. 2012. *Pengolahan Limbah Laboratorium*. [Online]. Tersedia: <https://chemslife.wordpress.com/limbah-laboratorium/>. [4 Juli 2015].
- Khopkar, S. M.1984. *Konsep Dasar kimia Analitik (terjemahan)*. Bombay : Analytical Laboratory Department of Chemistry Indian institute of Technology. Bombay, hal. 204 – 243.
- Kristianingrum, S,. 2012. *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya*. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Leyva-Ramos, L.A. Bernal-Jacome, I. Acosta-Rodríguez. 2005. *Adsorption of cadmium(II) from aqueous solution on natural and oxidized corncob*. *Sep. Purif. Technol.* 45 (2005) 41 – 49

- Rahmayani, F dan Siswarni. 2013. *Pemanfaatan Limbah Batang Jagung Sebagai Adsorben Alternatif Pada Pengurangan Kadar Klorin Dalam Air Olahan (Treated Water)*. Jurnal Teknik Kimia USU. Vol. 2, No. 2 (2013).
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Lokakarya Nasional. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Ramos, R. Leyva, dkk. 2011. *Modification of Corncob with Citric Acid to Enhance Its Capacity for adsorbing Cadmium(II) from Water Solution*. Chemical Engineering Journal 180. 113 – 120.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Saragih S. A. 2008. *Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Batubara*. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia.
- Safrianti, I, Wahyuni dan Titin. 2012. *Adsorpsi Timbal (II) oleh Selulosa Limbah Jerami Padi Teraktivasi Asam Nitrat: Pengaruh pH Dan Waktu Kontak*. JKK. volume 1 (1), halaman 1-7.
- Sastrohamijojo, H. 1992. *Spektroskopi Infra Merah*. Jogjakarta: Liberty
- Sudirjo, E. 2005. *Penentuan Distribusi Benzen Toluene pada Kolom Adsorpsi Fixed Bed Carbon Active*. [Skripsi]. Jakarta: Jurusan Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia.
- Sumardi. 1981. *Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis*. *Proseding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI
- Sunardi, 2006. *Unsur Kimia*. Jakarta: Yrama Widya.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka
- Wahyuni, Tri, Anis. 2014. *Sintesis Biosorben dari Limbah Kayu Jati dan Aplikasinya untuk Menjerap Logam Pb dalam Limbah Cair Artifisial*. Skripsi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Wing, R. E., 1996. *Corn fiber citrate: preparation and ion-exchange properties*. Ind. Crops Prod. 5 (1996) 301–305
- Yusniyah, Siti Irma. 2017. *Adsorpsi Logam Cu, Fe, dan Pb pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maliki Malang Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi Asam Sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dengan Variasi Konsentrasi*. Skripsi. Malang: UIN Maliki Malang

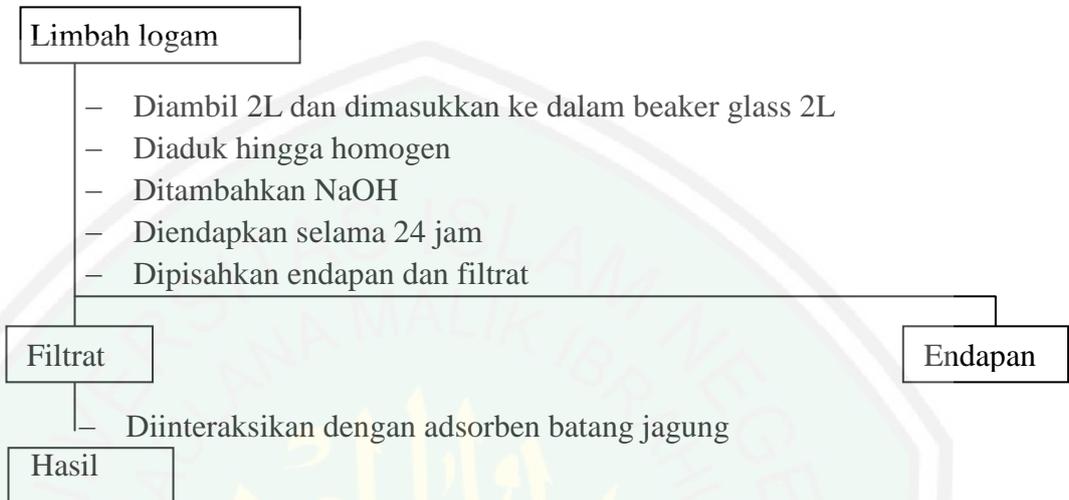
Zahira, Zuka. 2010. *Spektrofotometri Serapan Atom*. [Online]. Tersedia: <https://zahirazuka.wordpress.com/2010/12/28/spektrofotometri-serapan-atom/>.



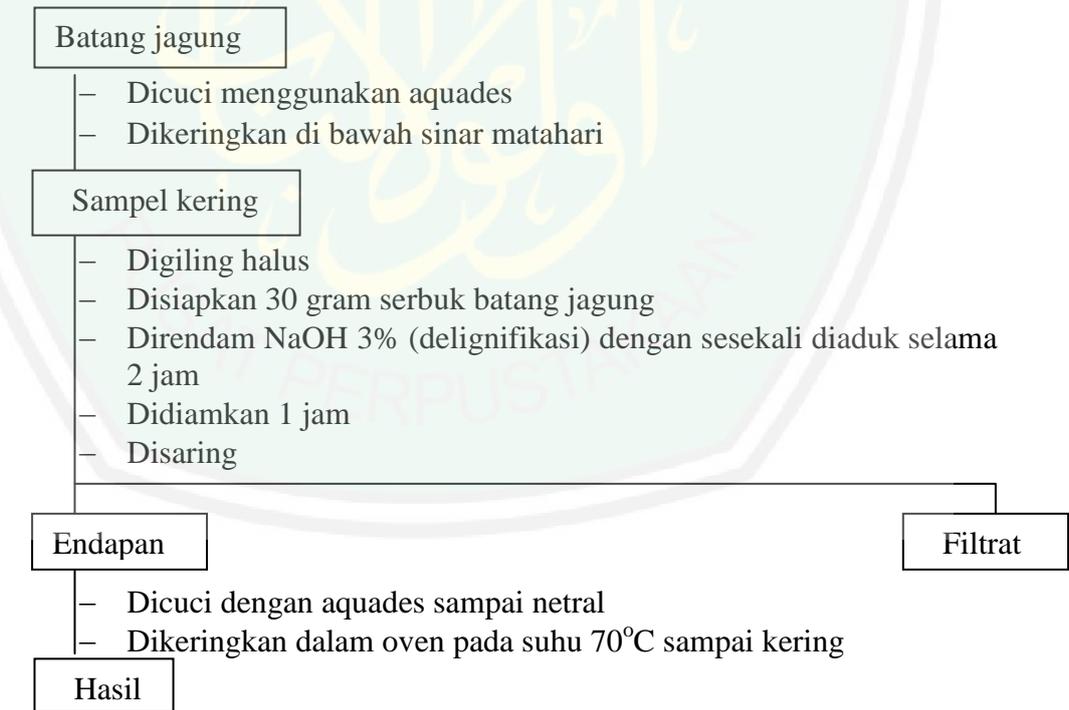
Lampiran 1: Skema Kerja

**Cara Kerja**

**1. Preparasi Limbah**



**2. Delignifikasi batang jagung**



### 3. Modifikasi batang jagung

Serbuk batang jagung

- Diambil 10 gr
- Dicampur dengan 200 mL larutan asam sitrat 0,5; 1,0; dan 1,5

Larutan yang berisi serbuk batang

- Dipanaskan selama 2 jam dengan dijaga suhunya pada 60°C
- Didinginkan
- Dipisahkan larutan dari serbuk batang jagung
- Dikeringkan serbuk batang jagung dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam
- Dinaikkan suhu sampai 120°C selama 3 jam
- Dibiarkan dingin
- Dicuci serbuk batang jagung yang telah di modifikasi beberapa kali dengan aquades hingga pH netral
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam

Hasil

### 4. Penentuan Adsorben Terbaik untuk Menurunkan Kadar Pb

Serbuk batang jagung

- Diambil 0,05 gram
- Dimasukkan ke dalam erlenmeyer berukuran 250 ml
- Ditambahkan 100 ml larutan limbah logam yang mengandung Pb
- Diaduk dengan shaker kecepatan 150 rpm
- Didiamkan selama 60 menit
- Disaring dengan kertas saring whatman 42
- Dilakukan duplo pada 5 macam variasi adsorben

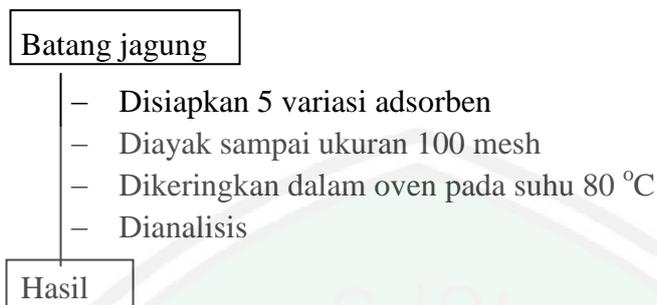
Filtrat

Residu

- Ditentukan konsentrasi Pb menggunakan AAS

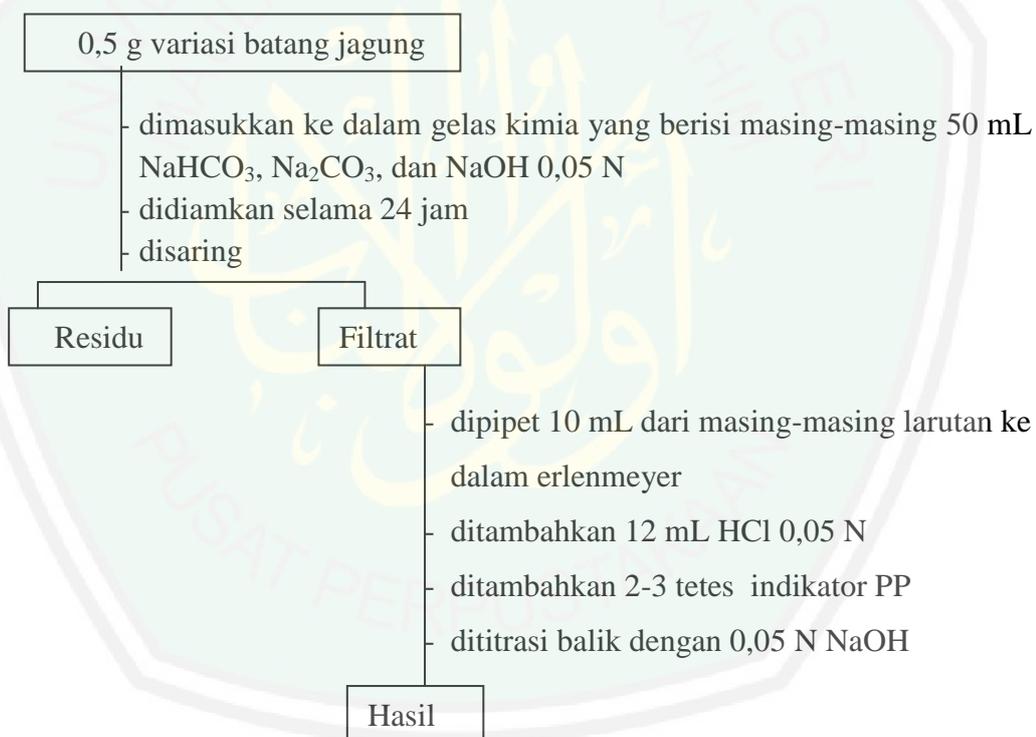
Hasil

## 5. Analisis Batang Jagung Biasa dan Batang Jagung Termodifikasi Menggunakan FTIR

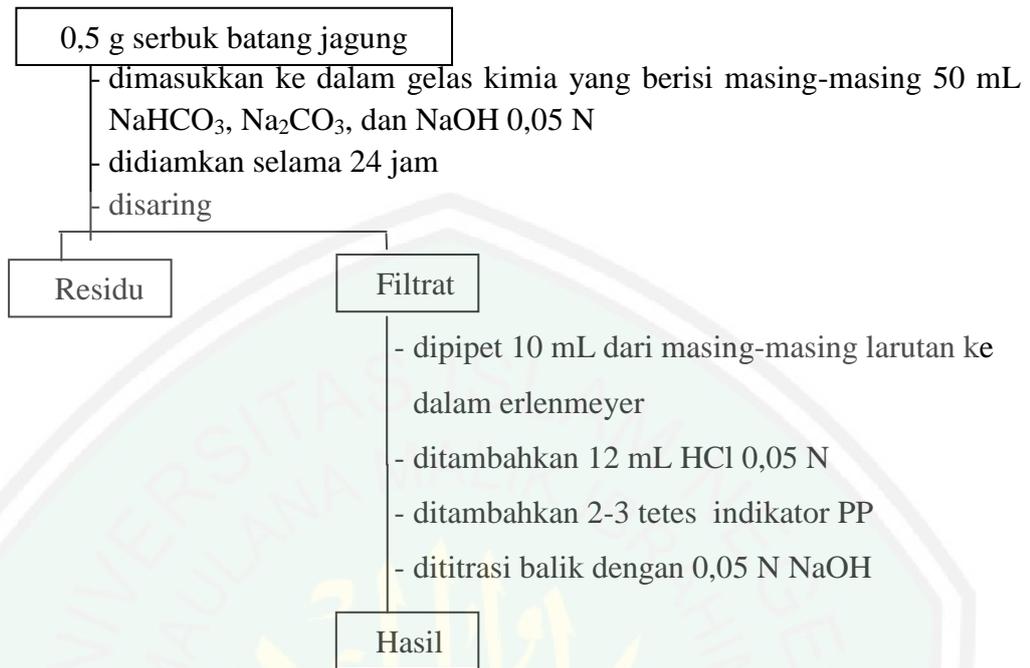


## 6. Penentuan Konsentrasi Gugus aktif (Hidroksil, Karboksil, dan Lakton)

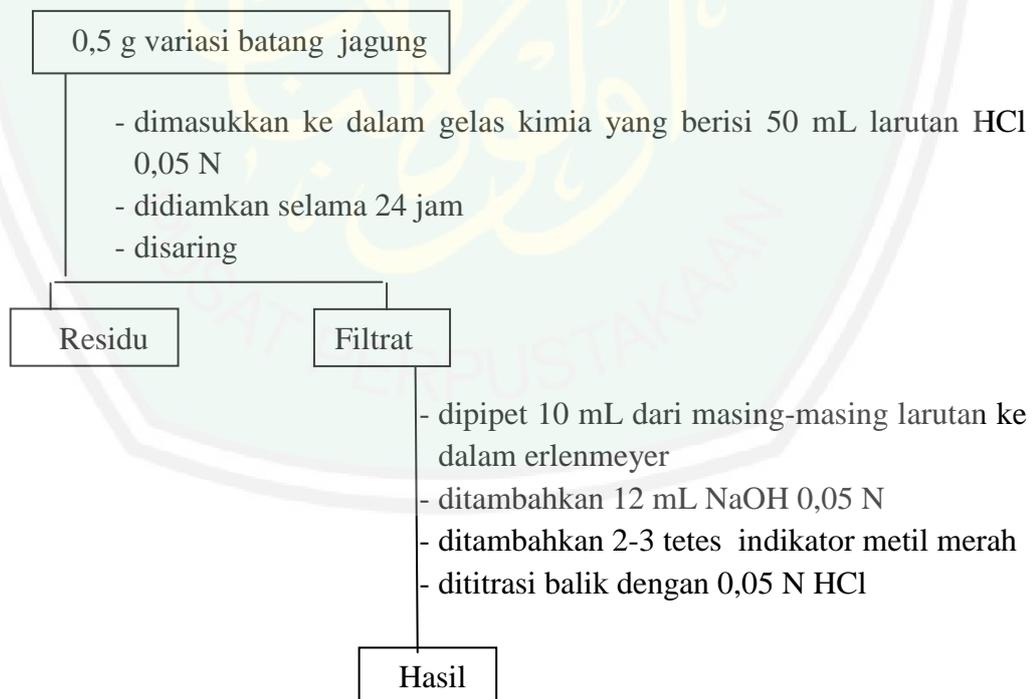
### a. Analisis Gugus Asam



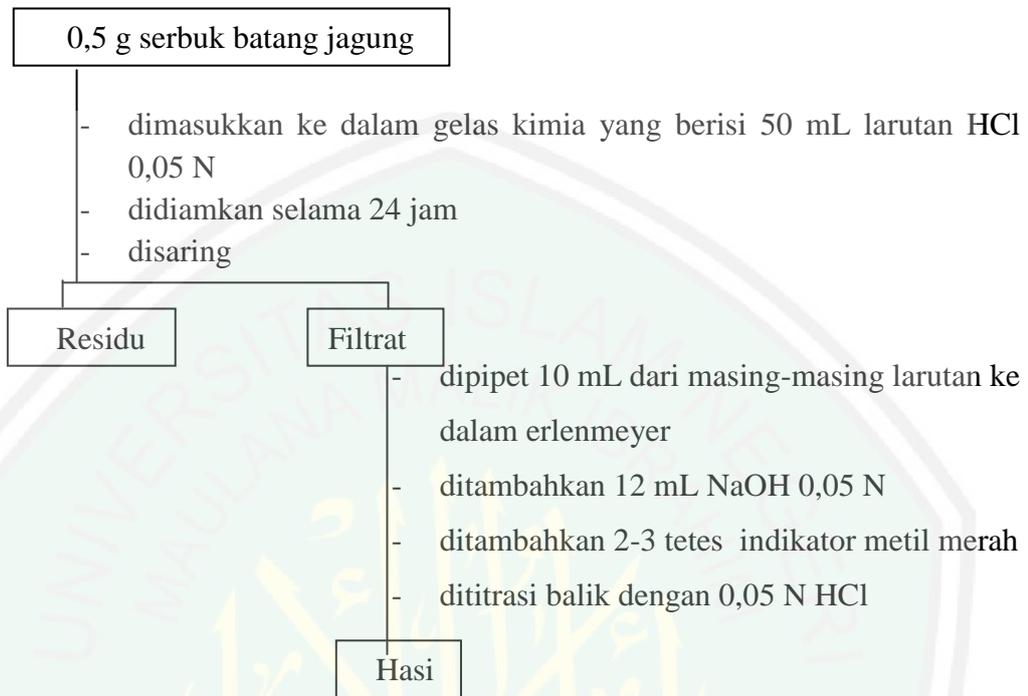
## b. Penentuan Blanko



## c. Analisis Gugus Basa



## d. Penentuan Blanko Gugus Basa



*Lampiran 2. Preparasi Bahan dan Perhitungan*

**1. Larutan Asam Sitrat 0,5 M; 1,0 M; 1,5 M**

Diket : Konsentrasi asam sitrat p.a = 99,5%

Massa jenis asam sitrat ( $\rho$ ) = 1,66 gr/mL

Mr asam sitrat = 192 gr/mol

$$M = \frac{\% \text{ x } \rho \text{ x } 10}{Mr} = \frac{99,5 \% \text{ x } 1,66 \text{ gr/mL x } 10}{192 \text{ gr/mol}} = 8,603 \text{ M}$$

- 0,5 M asam sitrat dalam 100 mL

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

$$8,603 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5,811 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{5,811 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 5,811$$

$$m = 9,65 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 9,65 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

- 1,0 M dalam 100 mL

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

$$8,603 \text{ M} \times V_1 = 1,0 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 11,623 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{11,623 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 11,623$$

$$m = 19,294 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 19,294 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

- 1,5 M dalam 100 mL  

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

$$8,603 \text{ M} \times V_1 = 1,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 17,435 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{17,435 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 17,435$$

$$m = 28,492 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 28,492 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

#### 2. Larutan NaOH 0,05 N dalam 500 mL

$$\text{Massa} = N \times V \times \text{BE}$$

$$= 0,05 \text{ N} \times 0,5 \text{ l} \times 40 \text{ gr/mol} = 1 \text{ gram}$$

Melarutkan 1gr padatan NaOH ke dalam 500 mL liter aquades untuk membuat larutan 0,05 N NaOH.

#### 3. Larutan NaHCO<sub>3</sub> 0,05 N dalam 500 mL

$$\text{Massa} = N \times V \times \text{BE}$$

$$= 0,05 \text{ N} \times 0,5 \text{ l} \times 84 \text{ gr/mol} = 2,1 \text{ gram}$$

Melarutkan 2,1gr padatan NaOH ke dalam 500 mL liter aquades untuk membuat larutan 0,05 N NaHCO<sub>3</sub>.

#### 4. Larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,05 N dalam 500 mL

$$\text{Massa} = N \times V \times \text{BE}$$

$$= 0,05 \text{ N} \times 0,5 \text{ l} \times 106 \text{ gr/mol} = 2,65 \text{ gram}$$

Melarutkan 2,65 gr padatan NaOH ke dalam 500 mL liter aquades untuk membuat larutan 0,05 N Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

## 5. Pembuatan Kurva Standar Tembaga (Fe)

- a) Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL dari larutan induk 1000 ppm ke dalam labu takar 100 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

- b) Pembuatan larutan standar 0,5 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,5 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,1 ppm dibuat dengan cara dipipet 2,5 mL dari larutan induk 10 ppm ke dalam labu takar 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

- c) Pembuatan larutan standar 1,0 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 5,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 1,0 ppm dibuat dengan cara dipipet 5,0 mL dari larutan induk 10 ppm ke dalam labu takar 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

- d) Pembuatan larutan standar 2,0 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 2,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 2,0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 10,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 2,0 ppm dibuat dengan cara dipipet 10,0 mL dari larutan induk 10 ppm ke dalam labu takar 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

e) Pembuatan larutan standar 4,0 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 4,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 4,0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 20,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 4,0 ppm dibuat dengan cara dipipet 20,0 mL dari larutan induk 10 ppm ke dalam labu takar 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

f) Pembuatan larutan standar 5,0 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 5,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 5,0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 25,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 5 ppm dibuat dengan cara dipipet 25,0 mL dari larutan induk 10 ppm ke dalam labu takar 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas

### 7. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 0,5 M

Diketahui :  $\rho \text{ HNO}_3 65\% = 1,41 \text{ gr/cm}^3 = 1.390 \text{ gr/L}$

$M_r \text{ HNO}_3 = 63,01 \text{ gr/mol}$

$\text{mol HNO}_3 = M \times V \text{ (L)}$

$$= 0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} = 0,05 \text{ mol}$$

$\text{Massa HNO}_3 = n \times M_r$

$$= 0,005 \text{ mol} \times 63,1 \text{ gr/mol}$$

$$= 3,15 \text{ gr}$$

$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{massa}}{\% \times \rho}$

$$= \frac{3,15 \text{ gr}}{65\% \times 1,41 \text{ gr/mL}} = 3,46 \text{ mL}$$

Cara membuat:

Mengambil 3,46 mL larutan HNO<sub>3</sub> p.a, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi  $\pm 96$  mL aquades. Selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

## Lampiran 3. Perhitungan Konsentrasi Gugus Aktif

Tabel 1. Data Titrasi NaOH

Variasi batang jagung	Volume titrasi I (mL)	Volume titrasi II (mL)	Volume titrasi III (mL)	Rata-rata
AO	21	20	19	20
AD	21,5	20,5	19,5	20,5
AMAS 0,5 M	19,5	19,5	19,5	19,5
AMAS 1,0 M	20,2	18,2	19,2	19,2
AMAS 1,5 M	16	18	17	17

Tabel 2. Data Titrasi NaHCO<sub>3</sub>

Variasi batang jagung	Volume titrasi I (mL)	Volume titrasi II (mL)	Volume titrasi III (mL)	Rata-rata
AO	15	13	14	14
AD	14	17	14	15
AMAS 0,5 M	13	14	13,5	13,5
AMAS 1,0 M	13	13	13	13
AMAS 1,5 M	13	12	14	13

Tabel 3. Data Titrasi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Variasi batang jagung	Volume titrasi I (mL)	Volume titrasi II (mL)	Volume titrasi III (mL)	Rata-rata
AO	25	26	27	26
AD	25,5	24,5	25	25
AMAS 0,5 M	26	25	25,5	25,5
AMAS 1,0 M	24	24	24	24
AMAS 1,5 M	25	24	26	25

### 1. Mek gugus karboksil

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{NaHCO}_3} N_{\text{NaHCO}_3} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

#### a) Batang jagung alami

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 14 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2 \text{ meq/gr}$$

#### b) Batang jagung terdelignifikasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 15 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,5 \text{ meq/gr.}$$

#### c) Batang jagung termodifikasi asam sitrat 0,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 13,5 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 1,75 \text{ meq/gr}$$

#### d) Batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,0 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 13 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 1,5 \text{ meq/gr.}$$

#### e) Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 1,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 13 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 1,5 \text{ meq/gr.}$$

## 2. Mek gugus karboksil+ mek gugus lakton

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{CO}_3} N_{\text{Na}_2\text{CO}_3} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w}$$

meq gugus lakton= meq gugus (karboksil + lakton)- meq gugus karboksil

### a) Batang jagung alami

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 26 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 3 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{mek gugus lakton} = 3 \text{ meq/gr} - 2 \text{ meq/gr} = 1 \text{ meq/gr.}$$

### b) Batang jagung terdelignifikasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 25 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,5 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{mek gugus lakton} = 2,5 \text{ meq/gr} - 2,5 \text{ meq/gr} = 0 \text{ meq/gr.}$$

### c) Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 0,5 M

$$n_{\text{csf}} =$$

$$\frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 25,5 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,75 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{mek gugus lakton} = 2,75 \text{ meq/gr} - 1,75 \text{ meq/gr} = 1 \text{ meq/gr.}$$

### d) Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 2 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 24 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{mek gugus lakton} = 2 \text{ meq/gr} - 1,5 \text{ meq/gr} = 0,5 \text{ meq/gr.}$$

e) **Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 1,5 M**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 25 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,5 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus lakton} = 2,5 \text{ meq/gr} - 1,5 \text{ meq/gr} = 1 \text{ meq/gr.}$$

3. **Mek gugus hidroksil**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[V_{\text{NaOH}} N_{\text{NaOH}} - (C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} - C_{\text{NaOH}} V_t)] \frac{V_p}{V_s}}{w} \dots\dots (x)$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = (x) - \text{mek gugus karboksil} - \text{mek gugus lakton}$$

a) **Batang jagung alami**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}} \dots (x)$$

$$= 5 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus hidroksil} = 5 \text{ meq/gr} - 2 \text{ meq/gr} - 1 \text{ meq/gr} = 2 \text{ meq/gr.}$$

b) **Batang jagung terdelignifikasi**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 20,5 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 5,25 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus hidroksil} = 5,25 \text{ meq/gr} - 2,5 \text{ meq/gr} - 0 \text{ meq/gr} = 2,75 \text{ meq/gr.}$$

c) **Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 0,5 M**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 19,5 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 4,75 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus hidroksil} = 4,75 \text{ meq/gr} - 1,75 \text{ meq/gr} - 1 \text{ meq/gr} = 2 \text{ meq/gr}$$

**d) Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 1,0 M**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 19,2 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 4,6 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus hidroksil} = 4,6 \text{ meq/gr} - 1,5 \text{ meq/gr} - 0,5 \text{ meq/gr} = 2,6 \text{ meq/gr.}$$

**e) Batang jagung terdelignifikasi termodifikasi asam sitrat 1,5 M**

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 17 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 3,5 \text{ meq/gr.}$$

$$\text{meq gugus hidroksil} = 3,5 \text{ meq/gr} - 1,5 \text{ meq/gr} - 1 \text{ meq/gr} = 1 \text{ meq/gr.}$$

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian



Preparasi Batang jagung



Variasi Batang Jagung



Uji FTIR



Destruksi Sampel



Pengukuran pH



Penentuan Konsentrasi Gugus Aktif



Pengendapan Basa

