

**ADSORPSI LOGAM Pb DAN Ni PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG MENGGUNAKAN  
BATANG JAGUNG TERMODIFIKASI NaOH DAN ASAM SITRAT**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
SHINTA AYUNDA VINAYAKA PRATAMA  
NIM. 13630012**



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

**ADSORPSI LOGAM Pb DAN Ni PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG MENGGUNAKAN  
BATANG JAGUNG TERMODIFIKASI NaOH DAN ASAM SITRAT**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
SHINTAAYUNDA VINAYAKA PRATAMA  
NIM. 13630012**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri 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**

**ADSORPSI LOGAM Pb DAN Ni PADA LABORATORIUM KIMIA UIN  
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG MENGGUNAKAN BATANG  
JAGUNG TERMODIFIKASI NaOH DAN ASAM SITRAT**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**SHINTA AYUNDA VINAYAKA PRATAMA**  
NIM. 13630012

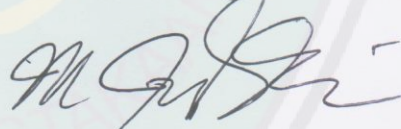
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 06 Juni 2018

**Pembimbing I**



**Eny Yulianti, M.Si**  
NIP. 19760611 20050 1 2 006

**Pembimbing II**



**Muhamad Imamudin, M.A**  
NIP. 1974062 200901 1010



Mengetahui,  
**Ketua Jurusan Kimia**

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

**ADSORPSI LOGAM Pb DAN Ni PADA LIMBAH LABORATORIUM  
KIMIA UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG MENGGUNAKAN  
BATANG JAGUNG TERMODIFIKASI NaOH DAN ASAM SITRAT**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**SHINTA AYUNDA VINAYAKA PRATAMA**  
NIM. 13630012

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 06 Juni 2018

**Penguji Utama** : Rachmawati Ningsih, M.Si (.....)  
NIP. 19810811 200801 2 010

**Ketua Penguji** : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)  
NIDT. 19830125 20160801 2 068

**Sekretaris Penguji** : Eny Yulianti, M.Si (.....)  
NIP. 19760611 200501 2 006

**Anggota Penguji** : Muhamad Imamudin, M.A (.....)  
NIP. 1974062 200901 1 010



Mengesahkan,  
**Ketua Jurusan Kimia**

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



## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Shinta Ayunda Vinayaka Pratama  
NIM : 13630012  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Adsorpsi Logam Pb dan Ni pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang menggunakan Batang Jagung Termodifikasi NaOH dan Asam Sitrat

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,



Shinta Ayunda Vinayaka Pratama  
NIM. 1363012

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Adsorpsi logam Pb dan Ni pada limbah laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang menggunakan batang jagung teraktivasi NaOH dan asam sitrat”**. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terimakasih kepada:

1. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang,
2. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah membimbing, memotivasi, mengarahkan untuk penelitian yang baik dan memberi semangat bagi penulis,
3. Ibu Rif'atul Mahmudah selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan memberi saran untuk penulisan serta saran penelitian yang lebih baik,
4. Bapak Muhamad Imamudin, M.Ag selaku dosen pembimbing agama yang telah mengarahkan dan membimbing integrasi sains,
5. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen penguji utama yang telah memberi kritik dan saran untuk kepenulisan redaksi naskah yang lebih baik.
6. Seluruh staf laboratorium dan Admin jurusan yang membantu selama proses penelitian,
7. Kedua orang tua yang menjadi donator dana penelitian, penyemangat, dan motivator,

8. Teman-teman setim penelitian, teman-teman seangkatan kimia 2013 dan semua pihak yang membantu dalam penelitian, penulisan naskah, editing naskah, dan memotivasi dalam menulis.

Penulis telah berupaya yang semaksimal mungkin untuk penyusunan laporan hasil penelitian. Untuk itulah kiranya mudah-mudahan laporan hasil penelitian ini merupakan laporan terbaik yang dapat penulis lakukan dan semoga banyak memberikan manfaat kepada semua khalayak, khususnya pembaca. Tak ada gading yang tak retak, tak ada manusia yang sempurna. Kesempurnaan hanya milik Tuhan Yang Maha Esa, dan kesalahan ada pada makhluk-Nya. Penulis memohon saran dan kritik atas laporan hasil penelitian ini.

Malang, 6 juni 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xi</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xiii</b>
<b>ملخص.....</b>	<b>xiv</b>
<b>BAB I     PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II     TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>7</b>
2.1 Potensi Batang Jagung sebagai Adsorben .....	7
2.2 Aktivasi menggunakan HCl.....	9
2.3 Delignifikasi .....	9
2.4 Modifikasi Asam Sitrat.....	11
2.5 Kemampuan Gugus Fungsi sebagai Adsorben .....	12
2.6 Karakterisasi <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	13
2.7 Adsorpsi menggunakan Biosorben .....	15
2.8 Penentuan Konsentrasi Logam Berat menggunakan <i>Atomic Adsorption Spectroscopy</i> (AAS) .....	16
<b>BAB III    METODOLOGI.....</b>	<b>18</b>
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	18
3.2 Bahan dan Alat .....	18
3.2.1 Bahan .....	18



3.2.2	Alat.....	18
3.3	Rancangan Penelitian.....	18
3.4	Tahapan Penelitian.....	19
3.5	Cara Kerja.....	20
3.5.1	Preparasi Sampel (Mahbubah, 2016).....	20
3.5.2	Aktivasi Biosorben Batang Jagung (Nurmasari, 2008) .....	20
3.5.3	Delignifikasi Biosorben Batang Jagung (Safrianti, dkk., 2012) .....	20
3.5.4	Aktivasi Biosorben Batang Jagung Menggunakan Asam Sitrat (Ramos, dkk., 2012).....	21
3.5.5	Penentuan Konsentrasi Gugus Fungsi (Goertzen, 2010 dan Amiruddin, 2016).....	21
3.5.6	Karakterisasi Biosorben Batang Jagung Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	23
3.5.7	Adsorpsi Logam Timbal (Pb) dan Nikel (Ni) pada Limbah Logam Laboratorium Menggunakan Biosorben Batang Jagung Termodifikasi Asam sitrat (Modifikasi Skripsi Darmawan, 2016) .	23
3.5.8	Uji Analisis Logam Timbal dan Nikel Menggunakan AAS.....	24
<b>BAB IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>27</b>
4.1	Preparasi dan Demineralisasi Batang Jagung menggunakan Asam .....	27
4.2	Delignifikasi .....	29
4.3	Modifikasi Batang Jagung menggunakan Asam Sitrat.....	31
4.4	Penentuan Konsentrasi Gugus Fungsi Batang Jagung .....	33
4.5	Karakterisasi Batang Jagung menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	34
4.6	Pembuatan Kurva Standar Pb dan Ni .....	37
4.7	Adsorpsi Limbah Timbal (Pb) dan Nikel (Ni) menggunakan Batang Jagung .....	38
4.8	Integrasi penelitian.....	41
<b>BAB V</b>	<b>PENUTUP.....</b>	<b>44</b>
5.1	Kesimpulan.....	44
5.2	Saran .....	44
	<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>46</b>
	<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>49</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Batang Jagung .....	7
Gambar 2.2 Reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Fengel dan Wegener,1995).....	11
Gambar 2.3 Reaksi selulosa dengan asam sitrat (Sopiah, dkk., 2015).....	12
Gambar 4.1 Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa oleh asam (Loow, 2016).....	28
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi delignifikasi (Safrianti, 2012) .....	30
Gambar 4.3 Mekanisme reaksi esterifikasi selulosa dengan asam sitrat (Thanh, 2009) .....	32
Gambar 4.4 Spektrum FTIR batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5; 2; 2,5 M (BDM 1,5 M; BDM 2 M; BDM 2,5 M). .....	35
Gambar 4.5 Kurva standar timbal (Pb) .....	37
Gambar 4.6 Kurva standar nikel (Ni).....	38
Gambar 4.7 Grafik Konsentrasi logam timbal (Pb) yang diadsorp oleh batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5; 2; 2,5 M (BDM 1,5 M; BDM 2 M; BDM 2,5 M).....	40
Gambar 4.8 Grafik penurunan konsentrasi logam nikel yang diadsorp oleh batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M (BDM 2,5 M).....	40

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Karakteristik batang jagung dilihat dari spektrum FTIR .....	14
Tabel 3.1. Ulangan sampel pada uji AAS logam timbal (Pb).....	26
Tabel 3.2. Ulangan sampel pada uji AAS logam nikel (Ni) .....	26
Tabel 4.1. Penurunan berat batang jagung .....	27
Tabel 4.2. Konsentrasi gugus aktif batang jagung (Zea mays L.).....	33
Tabel 4.3. Interpretasi spektra FTIR batang jagung.....	36



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	49
Lampiran 2. Diagram Alir.....	50
Lampiran 3. Perhitungan.....	56
Lampiran 4. Dokumentasi Hasil Penelitian .....	66





## ABSTRAK

Pratama, Shinta. 2018. **Adsorpsi Logam Pb dan Ni Pada Limbah Laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Menggunakan Batang Jagung Termodifikasi NaOH dan Asam Sitrat**. Pembimbing utama: Eny Yulianti, M.Si, Pembimbing agama: Muhamad Imamudin, M.A, Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Kata kunci:** Batang jagung, Asam sitrat, Gugus aktif

Batang jagung mengandung selulosa, hemiselulosa, lignin dan komponen yang lain. Batang jagung digunakan untuk adsorpsi limbah cair laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengamatan dilakukan pada penurunan konsentrasi logam Pb dan Ni, batang jagung berpotensi sebagai adsorben logam berat karena mengandung gugus aktif hidroksil, karboksil, dan lakton. Peningkatan gugus aktif dilakukan dengan menginteraksikan batang jagung dengan asam sitrat untuk memodifikasi gugus hidroksil menjadi gugus ester. Hal ini dikarenakan ester mempunyai daya adsorpsi lebih tinggi. Secara kuantitatif, penentuan konsentrasi gugus aktif menggunakan titrasi metode asam basa. Secara kualitatif, hasil modifikasi batang jagung dikarakterisasi FTIR. Hasil modifikasi batang jagung diinteraksikan dengan limbah. Selanjutnya limbah dianalisis menggunakan AAS.

Tahapan penelitian ini meliputi preparasi batang jagung, demineralisasi, delignifikasi, modifikasi batang jagung menggunakan asam sitrat, penentuan konsentrasi gugus aktif, karakterisasi batang jagung menggunakan FTIR, adsorpsi limbah menggunakan batang jagung dan analisis kadar limbah cair logam menggunakan AAS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi asam sitrat tertinggi sebesar 2,5 M memberikan nilai konsentrasi gugus aktif total sebesar 3,15 meq/gr dengan nilai masing-masing gugus karboksil, lakton, dan hidroksil berturut-turut adalah 0,05; 2,4; dan 0,7 meq/gr. Hasil analisa spektra IR proses modifikasi menggunakan asam sitrat menunjukkan adanya gugus baru C=O ester ( $1733\text{ cm}^{-1} - 1736\text{ cm}^{-1}$ ), sehingga dapat diketahui bahwa telah terjadi reaksi esterifikasi pada saat batang jagung berinteraksi dengan asam sitrat. Konsentrasi logam Pb terbaik pada limbah laboratorium menggunakan batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M sebesar 6,5 meq/gr dengan persentase penurunan mencapai 53,41%. Konsentrasi penurunan logam Ni terbaik pada limbah laboratorium menggunakan batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M sebesar 22,15 meq/gr dengan persentase penurunan mencapai 38,47%.

## ABSTRACT

Pratama, Shinta. 2018. **Adsorption Of Metal Pb And Ni in The Waste Of Chemical Laboratory UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Using Corn Stalk Modified NaOH and Citric Acid**. Supervisor: Eny Yulianti, M.Si, Religious Supervisor: Muhamad Imamudin, M.A, Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Keywords:** Corn stalk, Citric acid, Functional Group

Corn stalk contains 40-50% cellulose, 15-29% hemicellulose, 20-22% lignin and other components 5-10%. Corn stalk is used for the adsorption of chemical liquid waste of UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Observations were made on decreasing concentrations of Pb and Ni metals. Corn stalks have potential as heavy metal adsorbents because they contain active hydroxyl, carboxyl, and lactone groups. Demineralization uses HCl to reduce minerals that have little role in the adsorption process. The demineralization results are then delignified using NaOH to reduce the lignin content of the corn stalk. An increase in the active group is carried out by interacting the corn stalk with citric acid to modify the hydroxyl group into an ester group. This is because the ester has a higher adsorption power. The result of modification of corn stalk is characterized quantitatively by acid base titration method and qualitatively with FTIR. The result of modification of corn stalk was applied to liquid waste. Laboratory liquid waste was analyzed using AAS.

The step of the research is corn stalk preparation, demineralization, delignification, corn stalk modification using citric acid, determination of active group concentration, corn stalk characterization using FTIR, waste adsorption using corn stalk and analysis of liquid metal content using AAS.

The results showed that the highest concentration of citric acid of 2.5 M gave the total concentration of active group of 3.15 meq / gr with the value of each carboxyl, lactone and hydroxyl groups were 0.05, respectively; 2.4; and 0.7 meq / gr. The result of IR spectra analysis modification process using citric acid showed the existence of new group C = O ester (1733 cm<sup>-1</sup> - 1736 cm<sup>-1</sup>), so it can be seen that esterification reaction occurred when corn stalk interact with citric acid. The best concentration of Pb metal in laboratory wastes using citric acid modified corn stalks 2.5 M of 6.5 meq / gr with percentage decrease reach 53,41%. The best concentration of Ni metal concentration in laboratory wastes using citric acid modified corn stalks 2.5 M was 22,15 meq / gr with percentage of decrease reach 38,47%.

## ملخص

شيتنا، براتما. ٢٠١٨. امتزاز الرصاص والنيكل في مخلفات المخلفات الكيميائية في جامعة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج باستخدام جذع الذرة المعدل من هيدروكسيد الصوديوم وحمض الستريك. المشرف الرئيسي: إيني يولياني. المشرف الديني: محمد إمام الدين. المشرف رفعت: رفعة المهمة

الكلمة: قضيب ذرة, حمض الستريك, مجموعة نشطة

ساق الذرة يحتوي على السليلوز ، هيميسيلولوز ، اللجنين وغيرها من المكونات. يستخدم ساق الذرة لامتناس مخلفات الرصاص والنيكل في المختبر الكيميائي للجامعة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج لأنه يحتوي على مجموعة نشطة من الهيدروكسيل ، الكربوكسيل ، واللاكتون. يتم إجراء زيادة في المجموعة النشطة عن طريق تعديل حمض الستريك لتشكيل مجموعة استر لأن الإستر لديه قوة امتصاص أعلى. نوعيا تتميز نتيجة تعديل ساق الذرة ب.ف.ت.ا.ر. من الناحية الكمية ، تحديد تركيز المجموعة النشطة باستخدام معايرة. وعلاوة على ذلك ، تم تحليل ساق الذرة التي تم التفاعل معها باستخدام النفايات.

تشمل مراحل هذه الدراسة إعداد ساق الذرة ، إزالة المعادن ، إزالة الشوائب ، تعديل ساق الذرة باستخدام حمض الستريك ، تحديد تركيز المجموعة النشطة ، توصيف ساق الذرة باستخدام ف.ت.ا.ر. ، امتزاز النفايات باستخدام ساق الذرة وتحليل الصف المعدنية باستخدام ا.ا.س. أظهرت النتائج أن أعلى تركيز من حامض الستريك ٢,٥ م أعطى التركيز الكلي للمجموعة النشطة ٣,١٥ ميك / غرام بقيمة كل مجموعة كاربوكسي ، لاكتون وهيدروكسيل ٠,٠٥ على التوالي. ٠,٢,٤ و ٠,٧. mek / gr. أظهرت نتائج تحليل طيف الأشعة تحت الحمراء لعملية التنشيط باستخدام حمض الستريك وجود مجموعة C = O ester جديدة (١٧٣٣ سم<sup>-١</sup> - ١٧٣٦ سم<sup>-١</sup>) ، لذا يمكن ملاحظة أن تفاعل الأستر حدث عندما تتفاعل ساق الذرة مع حمض الستريك. إن أفضل تركيز لمعدن الرصاص في المخلفات المختبرية باستخدام ذرة الكاسافا المعدلة ينبع من ٢,٥ ميم من ٦,٥ م غ / غرام مع انخفاض نسبة تصل إلى ٥٣,٤١%. وكان أفضل تركيز لتركيز معدن النيكل في مخلفات المختبر باستخدام ساق الذرة المعدل بالكسافا ٢,٥ م كان ٢٢,١٥ م / غ مع نسبة انخفاض بلغت ٣٨,٤٧%.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kegiatan yang dilakukan di laboratorium menghasilkan air buangan yang disebut limbah laboratorium. Air limbah laboratorium ini sangatlah kompleks sifatnya, ada yang bersifat basa maupun asam, iritatif, reaktif dan logam berat yang bersifat racun. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999 tentang pengolahan limbah B3, maka air limbah laboratorium termasuk golongan limbah B3. Unsur-unsur berbahaya yang terdapat dalam limbah laboratorium adalah logam berat seperti timbal (Pb), Besi (Fe), Mangan (Mn), Krom (Cr) dan Merkuri (Hg) (Said, 2011).

Aktivitas laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang menghasilkan kurang lebih 120 liter per tahunnya. Limbah logam berat Pb dan Ni banyak diperoleh dari praktikum kimia anorganik 2, praktikum biokimia 1, praktikum kimia analisis dasar, praktikum kimia dasar dan penelitian yang dilakukan mahasiswa. Keseluruhan limbah Pb kurang lebih sebanyak 1 liter dari 120 liter jumlah limbah yang dihasilkan laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Kadar maksimum timbal (Pb) yang diperkenankan pada air adalah 0,005 mg/L (Depkes, 2002). Dampak akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh manusia yaitu pada anak mengakibatkan gangguan pada fase awal pertumbuhan fisik dan mental pada fungsi kecerdasan (Nuraini, 2015). Keputusan Gubernur Jawa Timur No.72 Tahun 2013 tentang Baku Mutu Limbah Cair maksimum bagi industri atau kegiatan usaha lainnya sebesar 1 mg/L. Kontak dengan nikel secara



langsung dalam jangka lama pada kulit yang sensitif dapat menyebabkan korengan (Hernita, 2011).

Biosorben adalah penggunaan biomassa yang mampu mengikat logam berat dari dalam larutan melalui langkah-langkah kimia-fisika (Ashraf, dkk., 2010). Penelitian tentang potensi dari limbah batang jagung ini untuk dimanfaatkan sebagai penyerap pada gas dan zat-zat terlarut pada larutan (Suhendra, 2010). Limbah batang jagung yang biasanya dibakar dan sebagai makanan ternak. Batang jagung digunakan sebagai adsorben karena ramah lingkungan, murah, dapat terurai di alam dan dapat dimodifikasi sebagai adsorben dengan kinerja tinggi (Wen, dkk., 2017). Pemanfaatan batang jagung sebagai adsorben limbah laboratorium kimia, hal ini menunjukkan bahwa kebesaran Allah untuk makhluk-Nya yang mau berpikir. Sebagaimana Allah SWT berfirman dalam Al-Qur'an surat Sad ayat 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا  
مِنَ النَّارِ

Artinya : *"Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka akan masuk neraka"* (Q.S. Sad (38):27).

Surat Sad ayat 27 menurut Jalaluddin dan Al-Sayuti (2003) dalam tafsir Al- Jalalain, Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantaranya dengan batil (dengan main-main). (Yang demikian itu) yakni penciptaan hal tersebut tanpa hikmah (adalah anggapan orang-orang kafir) dari penduduk Mekah (maka neraka Waillah) Wail adalah nama sebuah lembah di neraka (bagi orang-orang yang kafir karena mereka akan masuk neraka). Produk pertanian terbesar di Indonesia salah

satunya adalah tanaman jagung (*Zea mays*). Badan Pusat Statistik (BPS) menghitung bahwa produksi jagung di Indonesia mencapai 20,67 juta per tahun (Kementerian Pertanian, 2015). Hal ini sebanding dengan hasil samping pasca panen tanaman jagung yaitu tongkol, kulit dan batang jagung. Batang jagung merupakan komponen terbesar tanaman jagung yang mencapai 83,28% total berat biomassa. Batang jagung setelah panen mengandung 42,4% selulosa; 29,6% hemiselulosa; 21,7% lignin dan 5,1% komponen lainnya (Lv, dkk., 2010). Selulosa memiliki gugus fungsi yang dapat melakukan pengikatan dengan ion logam. Gugus fungsi tersebut adalah gugus karboksil dan hidroksil (Herwanto, 2006).

Aktivasi menggunakan HCl atau pencucian dengan larutan asam bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral asam serta pengotor yang menempel pada adsorben (Mandasari, 2016). Aktivasi dilakukan bertujuan untuk mengurangi kadar Ca 0,28% dan P 0,23% pada batang jagung (Erna, 2007). Proses yang terjadi pada tahap aktivasi menggunakan HCl adalah mineral-mineral yang ada pada sampel akan bereaksi dengan HCl sehingga terjadi pemisahan mineral (Hendry, 2008). Pengurangan logam Pb menggunakan HCl sebesar 98,4% (Pertiwi, 2016).

Hasil penelitian Siswantini (2014) menunjukkan bahwa adsorben serbuk daun mangga yang diberi perlakuan dengan asam sitrat memiliki efisiensi penyisihan  $Pb^{2+}$ , yaitu 43%. Tandigau, dkk. (2016) menggunakan kulit buah kopi arabika sebagai biosorben logam (Ni) nikel mempunyai nilai kapasitas adsorpsi sebesar 18,86 mg/g. Ramos, dkk. (2011) menggunakan tongkol jagung termodifikasi asam sitrat untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi logam Cd (II).

Hasil penelitiannya menjelaskan bahwa tongkol jagung mempunyai gugus-gugus asam berupa gugus karboksilat sebesar 1,39 meq/g dan gugus hidroksilat sebesar 3,18 meq/g pada konsentrasi maksimum asam sitrat 1,0 mol/L. Kapasitas adsorpsi maksimum sebesar 42,9 mg/g ditunjukkan ketika konsentrasi asam sitrat 1,0 mol/L pada pH 7 dan kapasitas adsorpsi tongkol jagung termodifikasi berbanding lurus dengan konsentrasi gugus karboksilat.

Hasil penelitian dari Mahbubah (2016) dengan modifikasi asam sitrat menunjukkan konsentrasi asam sitrat tertinggi sebesar 1,5 M memberikan nilai konsentrasi situs aktif total sebesar 0,783 Eq/gr dengan nilai masing-masing gugus gugus karboksil, lakton, dan hidroksil berturut-turut adalah 0,117; 0,249; dan 0,417 Eq/gr. Safrianti, dkk. (2012) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa adsorben sebelum dimodifikasi harus mengalami proses delignifikasi menggunakan larutan NaOH 3% karena keberadaan lignin akan menurunkan proses adsorpsi.

Berdasarkan kajian di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan proses karakterisasi batang jagung termodifikasi asam sitrat dan NaOH. Batang jagung kering diserbukkan dahulu kemudian di modifikasi menggunakan HCl 0,1 M. Lalu, dilakukan delignifikasi menggunakan NaOH untuk menghilangkan lignin. Setelah itu, dilakukan modifikasi asam sitrat dengan konsentrasi 1,5; 2,0; dan 2,5 M untuk adsorben limbah timbal. Modifikasi asam sitrat untuk adsorben limbah nikel hanya dengan konsentrasi 2,5 M. Serbuk batang jagung kering yang sudah divariasi selanjutnya dilakukan penentuan konsentrasi gugus fungsi (gugus karboksil, hidroksil, dan lakton) dengan cara menentukan konsentrasi gugus asam dari masing-masing variasi batang jagung dengan menggunakan metode

titrasi asam-basa, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR. Selanjutnya, kadar limbah logam dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan di atas dapat diambil suatu rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi asam sitrat terhadap peningkatan jumlah gugus fungsi biosorben batang jagung?
2. Bagaimana karakteristik FTIR dari seluruh variasi biosorben batang jagung?
3. Bagaimana kemampuan biosorben batang jagung termodifikasi NaOH dan asam sitrat dalam menurunkan konsentrasi logam Pb dan Ni pada limbah laboratorium?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi asam sitrat pada batang jagung terhadap konsentrasi gugus fungsi (gugus karboksil, hidroksil, dan lakton).
2. Untuk mengetahui karakteristik FTIR dari seluruh variasi biosorben batang jagung.
3. Untuk mengetahui kemampuan biosorben batang jagung termodifikasi NaOH dan asam sitrat dalam menurunkan konsentrasi logam Pb dan Ni pada limbah laboratorium.

## 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini dibatasi pada:



1. Sampel batang jagung yang digunakan adalah limbah pertanian yang berasal dari desa Poncokusumo, Malang.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Secara garis besar, manfaat penelitian ini adalah diharapkan dapat:

1. Memberikan informasi tentang karakteristik limbah batang jagung yang telah termodifikasi asam sitrat dan hasil adsorpsinya terhadap limbah logam berat Pb dan Ni.
2. Informasi tentang manfaat pengolahan limbah batang jagung yang memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi limbah logam berat sehingga bernilai ekonomi kepada masyarakat.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Potensi Batang Jagung sebagai Adsorben

Berdasarkan BPS (Biro Pusat Statis), produksi jagung tahun 2015 sebesar 20,67 juta ton, atau naik sebesar 1,66 juta ton dibandingkan tahun 2014. Peningkatan produksi jagung tahun 2015 sebesar 8,72% terjadi karena peningkatan luas panen sebesar 4,18% atau meningkat sebesar 160 ribu hektar. Sementara produktivitas jagung juga mengalami peningkatan sebesar 2,16 ku/ha, yaitu 49,54 ku/ha pada tahun 2014, naik 4,36% menjadi 51,70 ku/ha tahun 2015 (Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Kementerian Pangan, 2015).



Gambar 2.1 Batang jagung

Hasil tanaman jagung yang berupa batang biasanya hanya dimanfaatkan petani untuk makanan hewan ternak seperti sapi, kerbau, kambing. Hasil sampingan batang jagung mengandung banyak karbohidrat dan dapat berfungsi menjadi pengganti atau menambah gizi makanan hewan ternak (Anggota IKAPI, 2003). Batang jagung memiliki potensi yang baik untuk digunakan sebagai biosorben, karena keberadaannya di lingkungan berlimpah dan belum

dimanfaatkan dengan baik (Naushad, 2014). Allah SWT berfirman tentang penciptaan batang jagung yang tidak sia-sia dalam Q.S. Ali-Imran ayat 191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا  
بَطْلًا سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”(Q.S. Ali-Imran ayat 191).

Surat Ali-Imron ayat 191 dalam tafsir Al-Aisar, “*sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, ...*”, yang dimaksud adalah segala sesuatu yang ada di langit dan bumi beserta isinya menandakan kekuasaan Allah SWT. Kajian diatas menunjukkan kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya karena manusia telah diberi akal sehat untuk berfikir (Aljazairi, 2007; dan Nata, 2002). Batang jagung merupakan tumbuhan yang jarang dimanfaatkan oleh manusia yang biasanya hanya digunakan sebagai pakan sapi dan langsung dibakkar setelah panen. Maha besar Allah, batang jagung juga bisa dimanfaatkan sebagai adsorben meyerap limbah logam berat pada laboratorium.

Batang jagung dapat dimanfaatkan sebagai adsorben karena merupakan suatu limbah ligniselulosa yang memiliki kandungan selulosa, hemiselulosa dan lignin. Selulosa mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi karena selulosa memiliki gugus fungsi dapat melakukan pengikatan dengan ion Iogam (Safrianti, dkk., 2012). Berdasarkan penelitian Daud, dkk, (2010) batang jagung yang memiliki kandungan selulosa 39%, hemiselulosa 42% dan lignin 7,3%.

Gunawan (2010) melakukan penelitian tentang batang jagung diarang aktifkan dan dimodifikasi dengan asam sulfat sebagai adsorben penjerapan ion tembaga (II). Hasilnya menunjukkan bahwa arang aktif dari batang jagung

termodifikasi asam sulfat dapat menyerap ion logam tembaga (II) dengan baik yaitu mencapai 25,1 mg/g dan menghasilkan kondisi optimum dengan waktu kontak selama 3 jam pada pH 5.

## 2.2 Aktivasi menggunakan HCl

Aktivasi menggunakan asam klorida bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral asam serta pengotor yang menempel pada adsorben (Mandasari, 2016). Proses aktivasi dilakukan dengan merendam biomassa pada larutan HCl 0,1 M untuk mendesorpsi logam-logam yang telah terikat pada dinding sel biomassa melalui proses pertukaran ion. Proses aktivasi ini dapat menambah situs aktif pada biomassa yang akan digunakan untuk mengikat logam (Nurmasari, 2008). Aktivasi menggunakan HCl pada biosorben pandan laut yang digunakan untuk menyerap ion logam timbal (Pb) memiliki nilai efisiensi penyerapan sebesar 98% (Kristianingrum, 2014).

## 2.3 Delignifikasi

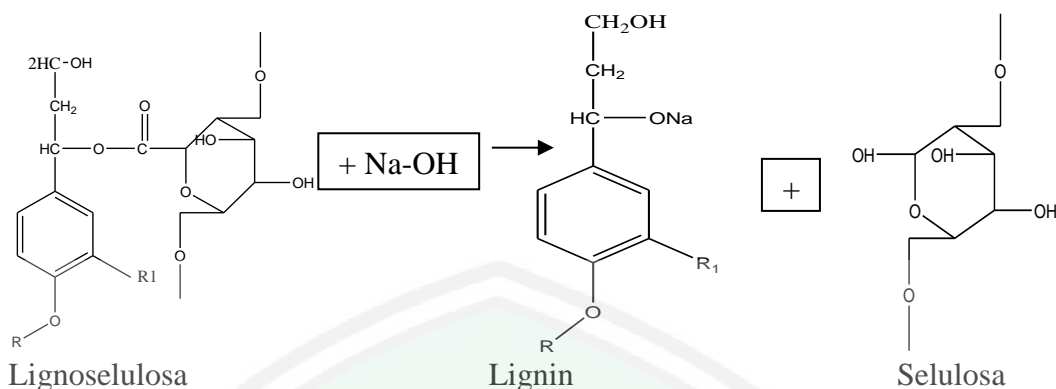
Delignifikasi merupakan suatu proses penghilangan lignin. Keberadaan lignin akan menghalangi proses transfer ion yang menyebabkan proses adsorpsi kurang maksimum. Lignoselulosa perlu diberi perlakuan delignifikasi untuk mengurangi atau menghilangkan lignin. Proses delignifikasi dapat dilakukan dengan asam sitrat. Perlakuan pendahuluan secara kimiawi yang dapat dilakukan adalah perlakuan dengan asam dan alkali (Safrianti, dkk., 2012). Prinsip delignifikasi adalah pengurangan lignin, karena kompleksitas pada struktur lignoselulosa menyebabkan gugus fungsi  $-OH$  menjadi sedikit dan tertutup oleh bagian-bagian

alkil dari lignin. Proses penghilangan lignin penting dilakukan untuk meningkatkan luas permukaan batang jagung yang mengandung gugus fungsi – OH dari golongan monosakarida selulosa.

Mutreja (2011) menjelaskan bahwa perlakuan secara kimia menggunakan asam ( $H_2SO_4$  1%) menunjukkan penurunan kadar lignin yang paling banyak, yaitu 35,1% pada biomasa serbuk kayu sengon dan 29,3% pada biomasa serbuk pelepah sawit. Perlakuan delignifikasi yang digunakan dalam penelitian ini berupa perlakuan kimiawi menggunakan alkali atau NaOH dengan pengaturan konsentrasi dan lama perendaman substrat. NaOH dipilih karena larutan ini cukup efektif dalam meningkatkan hasil hidrolisis, dan relatif lebih murah dibandingkan dengan reagen kimia lainnya (Gunam, dkk., 2011). Zheng, dkk. (2009) menggunakan NaOH untuk merusak lignin pada cattail dan menghasilkan persentase pengurangan lignin maksimum sebesar 32,85% pada suhu ruangan untuk waktu proses 24 jam dengan konsentrasi NaOH 4% berat.

Delignifikasi dilakukan dengan larutan NaOH yang dapat merusak struktur lignin sehingga membebaskan selulosa yang terdapat pada jaringan, memisahkan sebagian lignin dan hemiselulosa serta menyebabkan pengembangan struktur selulosa (Fitriani, dkk., 2013). Menurut Safrianti, dkk. (2012) penggunaan pelarut NaOH bertujuan memisahkan selulosa dan lignin dari lignoselulosa. NaOH yang memiliki ion  $OH^-$  akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sehingga lignin akan mudah larut. sesuai dengan Gambar 2.2.





Gambar 2.2 Reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Fengel dan Wegener, 1995).

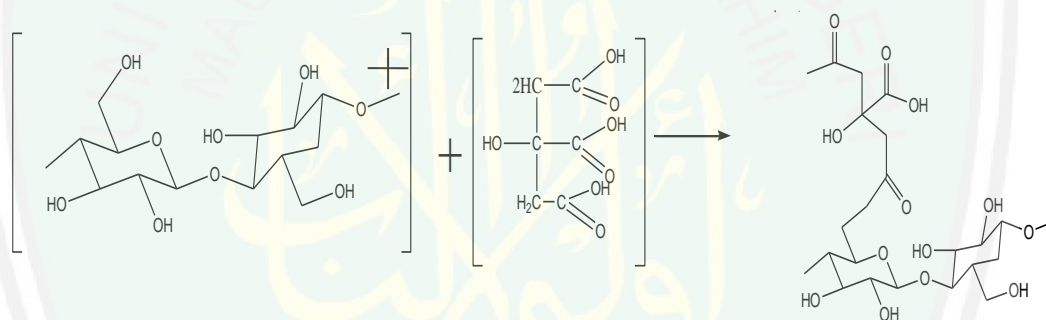
## 2.4 Modifikasi Asam Sitrat

Modifikasi asam sitrat memiliki keunggulan dalam proses adsorpsi yakni dapat mengadsorpsi senyawa logam dengan disertai reaksi kimia membentuk senyawa kimia kompleks (Syabanu, 2009). Perlakuan modifikasi menggunakan asam dapat melarutkan pengotor pada material tersebut, sehingga situs aktifnya juga mengalami peningkatan karena situs yang tersembunyi menjadi terbuka dan kemungkinan juga akan memunculkan situs aktif baru akibat reaksi pelarutan sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsinya (Widihati, 2008).

Kapasitas adsorpsi logam berat dari tongkol jagung dapat ditingkatkan dengan memodifikasi permukaannya dengan modifikasi kimia menggunakan asam fosfat (Vaughan, 2001), asam nitrat (Ramos, 2005), NaOH (Robinson, dkk., 2002), dan asam sitrat (Ramos, 2011). Telah disebutkan bahwa kapasitas adsorpsi logam menggunakan tongkol jagung murni dan tongkol jagung dimodifikasi dengan HNO<sub>3</sub> dan asam sitrat sebanding dengan konsentrasi situs karboksilat yang ada dalam tongkol jagung (Ramos, 2011). Oleh karena itu, kapasitas adsorpsi dari tongkol jagung yang dimodifikasi dapat dikaitkan dengan situs karboksilat yang terbentuk pada permukaan tongkol jagung ketika asam sitrat

bereaksi dengan selulosa (Wing, R.E., 1996). Setiap molekul asam sitrat yang terikat pada selulosa pada saat modifikasi kimia, dua lebih situs karboksilat telah dimasukkan ke permukaan tongkol jagung (Vaughan, T.,2001).

Kapasitas adsorpsi dari jerami dapat ditingkatkan dengan melakukan modifikasi kimia dengan asam sitrat pada suhu 120 °C selama 30 menit mampu meningkatkan kapasitas sorpsi dari 4,62g minyak/g sorben menjadi 11,14 g minyak/g sorben modifikasi menggunakan asam asetat 1,25 N dan 11,18 g minyak/g sorben menggunakan asam sitrat 1,75 N (Sopiah, 2015).



Gambar 2.3 Reaksi selulosa dengan asam sitrat (Sopiah, dkk., 2015)

## 2.5 Kemampuan Gugus Fungsi sebagai Adsorben

Sifat adsorpsi dipengaruhi oleh adanya gugus oksida pada permukaan biomassa. Gugus oksida terbentuk akibat adanya adsorpsi kimia antara permukaan dan oksigen yang ada di udara. Oksidasi menggunakan  $\text{HNO}_3$  merupakan metode yang paling sering digunakan karena sifat-sifat oksidasinya dapat dikontrol dengan mengatur suhu dan konsentrasi asam (Boehm,1994).

Berdasarkan struktur kimianya, asam sitrat dimungkinkan untuk bereaksi dengan selulosa, karena asam sitrat mempunyai gugus karboksilat yang dapat bereaksi dengan gugus hidroksil yang terikat pada selulosa. (Sopiah, dkk., 2015).

Kapasitas logam adsorpsi dari batang jagung yang dimodifikasi dengan  $\text{HNO}_3$  dan asam sitrat sebanding dengan konsentrasi situs karboksilat yang ada dalam tongkol jagung. Oleh karena itu, kapasitas adsorpsi dari tongkol jagung yang dimodifikasi dapat berhubungan dengan situs karboksilat yang terbentuk pada permukaan tongkol ketika asam sitrat bereaksi dengan selulosa. Untuk setiap molekul asam sitrat terikat selulosa selama modifikasi kimia, dua situs karboksilat dimasukkan ke permukaan tongkol (Ramos, 2011).

## 2.6 Karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa bahan kimia organik maupun anorganik yang didasarkan pada vibrasi ikatan molekuler dan tipe ikatan molekuler. Prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan materi yang menyebabkan terjadinya vibrasi molekuler. Instrumentasi spektrum inframerah dibagi ke dalam tiga jenis radiasi yaitu inframerah dekat, inframerah pertengahan, dan inframerah jauh. Spektrum inframerah akan menghasilkan plot antara transmittan dengan bilangan gelombang (Hayati, 2007).

Spektrum batang jagung menunjukkan O-H regangan ikatan hidrogen yang kuat dan luas pada  $3405\text{ cm}^{-1}$ . Selain itu, C – O muncul dalam spektrum di  $1046\text{ cm}^{-1}$  dan getaran lentur C–O-H adalah diamati sebagai dua puncak (mode simetris dan asimetris) yang terletak pada  $1250$  dan  $1163\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan C=C peregangan untuk aromatik cincin terjadi berpasangan pada  $1631$  dan  $1425\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan C=O *stretching* untuk ester pada  $1732\text{ cm}^{-1}$ . Akhirnya, C-H membentang untuk  $\text{sp}^3$  atom karbon terjadi pada  $2896\text{ cm}^{-1}$ . Spektrum inframerah batang jagung dengan

kelas menunjukkan bahwa kelompok-kelompok fungsional hadir di batang jagung adalah alkohol, ester, aromatik, dan eter (Ramos dkk., 2012).

Spektrum batang jagung dan batang jagung termodifikasi asam sitrat dapat dipastikan bahwa reaksi antara asam sitrat dan tongkol jagung menyebabkan suatu peningkatan intensitas pita kelompok karbonil karena peningkatan jumlah COO di batang jagung termodifikasi asam sitrat setelah bahan kimia modifikasi. Band ini terletak di  $1731\text{-}1737\text{ cm}^{-1}$  meningkat secara drastis ketika konsentrasi asam sitrat adalah  $0,6\text{ M}$  (Ramos dkk., 2012). Gugus karboksil ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $3634\text{ - }3465\text{ cm}^{-1}$  yaitu OH dan pada bilangan gelombang  $1733\text{ - }1736\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus karbonil. Sedangkan gugus lakton ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang  $1733\text{ - }1736\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus karbonil, pada bilangan gelombang  $1050\text{ - }1059\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus C-O *stretching band*, dan juga pada bilangan gelombang  $1384\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus metilen (Mahbubah, 2016).

Tabel 2.1. Karakteristik batang jagung dilihat dari spektrum FTIR

Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Deskripsi
3428	-OH dan N-H <i>stretching</i>
2921	C-H <i>stretching</i> dari CH, CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub>
1720	C=O <i>stretching</i> dari -COOH
1636	-OH <i>flexural</i>
1262-1265	Guasil metoksil
1228-1235	C-O <i>stretching</i> dari siringil
1127	C=O regangan
1056	C-O-C <i>stretching</i> dari selulosa
896	β-glikosidik C-H deformasi dari selulosa

Sumber: Wen, dkk. (2017)

## 2.7 Adsorpsi menggunakan Biosorben

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan pada lapisan permukaan dimana molekul dari suatu materi terkumpul pada bahan adsorben (Atkins, 1997). Sedangkan, adsorben adalah zat yang melakukan penyerapan terhadap zat lain (baik cair, padat, maupun gas) pada proses adsorpsi. Adsorben bersifat spesifik, hanya menyerap zat tertentu pada umumnya (Gaol, 2001).

Pertiwi (2016) menjelaskan bahwa penurunan konsentrasi logam Pb maksimum menggunakan biji trembesi sebesar 97,5 %. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum adsorpsi tembaga(II) oleh biomassa *Azolla microphylla* yang diesterifikasi dengan asam sitrat terjadi pada pH 5 dan waktu kontak 60 menit. Berdasarkan persamaan adsorpsi isotermis Langmuir diperoleh informasi bahwa kapasitas adsorpsi ( $Q_{max}$ ) biomassa yang diesterifikasi (15,625 mg/g) lebih kecil dari kapasitas adsorpsi biomassa yang tidak diesterifikasi (24,390 mg/g) (Yunita,2013). Penggunaan daun sebagai adsorben yang telah ada diantaranya adalah penggunaan daun jambu biji untuk mengadsorpsi logam Cd dengan kapasitas adsorpsi 3,99 mg/g (Varma dkk, 2010), penggunaan daun duwet (*Syzygium cumini* L) untuk mengadsorpsi logam Pb dengan kapasitas adsorpsi 21,77 mg/g (King dkk, 2006), penggunaan daun nimba untuk mengadsorpsi logam Cr dengan kapasitas adsorpsi 62,97 mg/g (Babu dan Gupta, 2007), dan penggunaan daun mangga untuk mengadsorpsi logam Cu dengan kapasitas adsorpsi 206,85 mg/g (Sethu dkk, 2010).

Proses adsorpsi suatu bahan uji (adsorben) terhadap adsorbat sangat ditentukan dari seberapa besar kemampuan adsorben tersebut dalam melakukan penyerapan. Komposisi utama jerami padi terdiri atas



selulosa 37,71%. Memungkinkan untuk dilakukan modifikasi pada gugus fungsi hidroksilnya (-OH) dengan asam sitrat mengmodifikasi jerami padi tersebut menggunakan asam karboksilat. Proses modifikasi kimia menggunakan sitrat dengan bantuan pemanasan dapat memperpanjang gugus hidrokarbon dan gugus karbonil yang mampu meningkatkan sifat hidrofobitas jerami padi sehingga dapat meningkatkan kemampuan dalam menyerap minyak. Berdasarkan struktur kimianya, asam sitrat tersebut dimungkinkan untuk bereaksi dengan selulosa, karena asam sitrat mempunyai gugus karboksilat yang dapat bereaksi dengan gugus hidroksil yang terikat pada selulosa (Sopiah, dkk., 2015).

Kapasitas logam adsorpsi dari batang jagung yang dimodifikasi dengan  $\text{HNO}_3$  dan asam sitrat sebanding dengan konsentrasi situs karboksilat yang ada dalam tongkol jagung. Kapasitas adsorpsi dari tongkol jagung yang dimodifikasi dapat berhubungan dengan situs karboksilat yang terbentuk pada permukaan tongkol ketika asam sitrat bereaksi dengan selulosa. Setiap molekul asam sitrat terikat selulosa selama modifikasi kimia, dua situs karboksilat dimasukkan ke permukaan tongkol (Ramos, 2011).

## **2.8 Penentuan Konsentrasi Logam Berat menggunakan *Atomic Adsorption Spectroscopy* (AAS)**

Sampel yang dianalisis menggunakan AAS harus diubah menjadi atom-atom bebas terlebih dahulu. Jenis atomisasi dalam analisis suatu senyawa menggunakan AAS ada tiga, yaitu atomisasi dengan nyala, atomisasi tanpa nyala, dan atomisasi dengan pembentukan senyawa hidrida (Hendaya, 2011). Dalman, dkk. (2006) melakukan atomisasi terhadap logam timbal yang dianalisis

menggunakan AAS. Gas pembakar yang digunakan adalah campuran udara dan asetilen dengan suhu pembakaran 2000°C. Suhu pembakaran yang digunakan harus melebihi titik didih logam yang akan dianalisis agar atomisasi berlangsung maksimal.

Sampel yang akan dianalisis harus didestruksi terlebih dahulu menggunakan pendestruksi berupa asam-asam kuat. Destruksi sampel merupakan suatu proses pemutusan ikatan unsur logam dengan komponen lain dalam matriks sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebasnya (Murtini, dkk., 2015)

Suprianto (2009), melakukan destruksi terhadap sampel ikan untuk mengetahui kandungan logam timbal yang terkandung dalam ikan menggunakan metode destruksi basah. Proses destruksi dilakukan dengan menambahkan 1,5 mL asam nitrat terhadap 2 gram sampel ikan. Kemudian filtrat dipanaskan sampai larutan berubah warna menjadi bening atau kuning bening (tergantung warna awal sampel), kemudian disaring dan dianalisis menggunakan AAS. Nuraini (2015) melakukan destruksi basah menggunakan asam nitrat pekat untuk mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) dalam air minum.

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

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

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2017 sampai bulan Desember 2017 di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

##### **3.2.1. Bahan**

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

##### **3.2.2. Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat gelas laboratorium, kertas/kain saring, buret, statif, erlenmeyer, timbangan analitik, hot Plate, magnetik stirer, FTIR dan AAS.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini bersifat kuantitatif yang menggunakan faktor keefektifan penggunaan beberapa konsentrasi asam sitrat 1,5; 2,0; dan 2,5 M dan NaOH untuk memodifikasi biosorben batang jagung. Hasil modifikasi biosorben batang jagung digunakan sebagai adsorben kandungan logam timbal (Pb) dan nikel (Ni) pada limbah laboratorium UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: preparasi biosorben batang

jagung dilakukan dengan menggiling halus batang jagung yang sudah kering. Kemudian, dilakukan aktivasi menggunakan HCl 0,1 M untuk menghilangkan mineral dan pengotor yang dapat mengganggu proses adsorpsi. Selanjutnya, dilakukan proses delignifikasi menggunakan NaOH 3%. Lalu, biosorben batang jagung dimodifikasi menggunakan asam sitrat dengan konsentrasi 1,5; 2,0; dan 2,5 M untuk adsorben logam timbal dan konsentrasi 2,5 M untuk logam nikel.

Hasil modifikasi kemudian ditentukan konsentrasi gugus fungsinya menggunakan titrasi asam-basa *Bronsted-Lowry*. Kemudian, seluruh biosorben dianalisis menggunakan FTIR. Selanjutnya, biosorben batang jagung digunakan untuk mengadsorpsi kandungan logam Pb dan Ni pada sampel limbah laboratorium Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Kemudian limbah yang sudah di adsorpsi dilakukan destruksi menggunakan HNO<sub>3</sub> 65% dan kemudian dianalisis menggunakan AAS.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam pelaksanaan penelitian ini adalah :

1. Preparasi batang jagung.
2. Aktivasi batang jagung menggunakan asam encer.
3. Delignifikasi batang jagung.
4. Modifikasi batang jagung menggunakan asam sitrat.
5. Penentuan konsentrasi gugus fungsi batang jagung.
6. Karakterisasi batang jagung menggunakan FTIR.
7. Adsorpsi limbah Pb dan Ni menggunakan batang jagung.
8. Analisis kadar logam teradsorpsi menggunakan AAS.

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1. Preparasi Sampel (Mahbubah, 2016)**

Sampel batang jagung kering dicuci bersih kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari hingga batang jagung mengering. Sampel yang sudah kering kemudian digiling halus.

#### **3.5.2. Aktivasi Biosorben Batang Jagung (Nurmasari, 2008)**

Batang jagung yang sudah diserbukkan direndam dalam larutan HCl 0,1 M sampai terbentuk pasta. Perendaman dilakukan dengan pen-*shaker*-an kecepatan 200 rpm selama 5 menit. Padatan yang diperoleh disaring dengan kertas saring, dicuci dengan aquades hingga biomassa bebas ion Cl<sup>-</sup>. Filtrat terakhir yang diperoleh diuji dengan larutan AgNO<sub>3</sub>, bila sudah tidak terbentuk endapan putih, maka sisa ion Cl<sup>-</sup> yang terkandung sudah hilang. Selanjutnya padatan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama 5 jam disimpan dalam desikator sampai beratnya konstan.

#### **3.5.3. Delignifikasi Biosorben Batang Jagung (Safrianti, dkk., 2012)**

Serbuk batang jagung diambil 20 gram. Kemudian direndam menggunakan larutan NaOH 3% sebanyak 400 mL dengan proses pengadukan selama 2 jam untuk memutuskan lignin dari lignoselulosa. Setelah itu, didiamkan 1 jam kemudian disaring. Lalu, dicuci dengan aquades sampai netral. Proses pencucian dilakukan bersamaan dengan penyaringan dengan menggunakan kertas saring. Selanjutnya serbuk batang jagung dikeringkan dengan oven pada suhu 70°C sampai kering.



#### **3.5.4. Aktivasi Biosorben Batang Jagung Menggunakan Asam Sitrat (Ramos, dkk., 2012)**

Serbuk batang jagung diambil 5 gr dan dicampurkan kedalam 100 mL larutan asam sitrat dengan variasi konsentrasi asam sitrat 1,5; 2,0; dan 2,5 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 serbuk batang jagung dan 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 diaktivasi dicuci beberapa kali dengan menggunakan aquades sampai pH netral. Terakhir batang jagung dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam.

#### **3.5.5. Penentuan Konsentrasi Gugus Fungsi (Goertzen, 2010 dan Amiruddin, 2016)**

Konsentrasi sifat asam batang jagung sebelum dan setelah teraktivasi ditentukan menggunakan metode titrasi asam basa. Analisis gugus asam dilakukan dengan merendam 0,375 gram variasi serbuk batang jagung ke dalam masing-masing larutan  $\text{NaHCO}_3$  0,05 N,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05 N, dan  $\text{NaOH}$  0,05 N sebanyak 50 mL. Campuran didiamkan selama 24 jam dan disaring. Sebanyak 10 mL masing-masing filtrat dipipet dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan kemudian ditambahkan 20 mL larutan  $\text{HCl}$  0,05 N dan 2-3 tetes indikator PP. Analit tersebut dititrasi balik menggunakan  $\text{NaOH}$  0,05 N. Semua perlakuan dilakukan tiga kali dan hasilnya adalah nilai rata-ratanya. Penentuan blanko dilakukan dengan merendam 0,375 gram serbuk batang jagung tidak menggunakan variasi batang jagung (Goertzen, 2010).

Analisis gugus basa dilakukan dengan merendam 0,375 gram serbuk batang jagung dalam HCl 0,05 N sebanyak 50 mL. Campuran didiamkan selama 24 jam dan disaring. Filtrat yang dihasilkan, dipipet sebanyak 10 mL ke dalam erlenmeyer. Lalu, ditambahkan 20 mL NaOH 0,05 N dan 2-3 tetes indikator metil merah. Campuran dititrasi balik dengan HCl 0,05 N. 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 (Amiruddin, 2016).

Penentuan konsentrasi gugus aktif baik karboksil, hidroksil, dan lakton dapat ditentukan menggunakan rumus dibawah ini (Amiruddin, 2016):

a. Analisa Gugus Asam

1) mek gugus karboksil:

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

2) mek gugus karboksil+ mek gugus lakton

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

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

3) mek gugus hidroksil

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

mek gugus hidroksil = (x) – mek gugus karboksil- mek 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.

### 3.5.6. Karakterisasi Biosorben Batang Jagung Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi batang jagung sebelum dan sesudah teraktivasi. Sampel yang dianalisis menggunakan FTIR adalah serbuk batang jagung alami, serbuk batang jagung sesudah aktivasi, serbuk batang jagung sesudah aktivasi + delignifikasi, serbuk batang jagung sesudah modifikasi asam sitrat seluruh variasi.

### 3.5.7. Adsorpsi Logam Timbal (Pb) dan Nikel (Ni) pada Limbah Logam Laboratorium Menggunakan Biosorben Batang Jagung Termodifikasi Asam sitrat (Modifikasi Skripsi Darmawan, 2016)

Diambil 100 mL limbah logam cair yang telah dipreparasi diinteraksikan dengan 0,5 g adsorben batang jagung teraktivasi asam sitrat (1,5; 2,0 dan 2,5 M). Campuran adsorben dan limbah logam dishaker selama 30 menit dengan kecepatan 250 rpm. Kemudian larutan disaring dan diambil filtratnya. Filtrat yang dihasilkan didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  65% dan dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$

hingga larutan jernih dan diukur kadar logam Pb dan Ni dengan AAS. Percobaan dilakukan dengan 3 kali ulangan.

### **3.5.8. Uji Analisis Logam Timbal dan Nikel Menggunakan AAS**

#### **3.5.8.1 Kondisi Operasional Analisis Logam Timbal dan Nikel Menggunakan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*) (Darmawan, 2017)**

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut: alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) varian *spectra* AA 6200 meliputi panjang gelombang pada 283,3 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah pada 0,5 mm, kuat arus lampu katoda 5,0  $\mu$ A, tinggi burner 2,0 mm.

Sederetan larutan standar Nikel (Ni) dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut: alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) varian *spectra* AA 240 meliputi panjang gelombang pada 232 nm, laju alir asetilen pada 2,47 L/menit, laju alir udara pada 13,5 L/menit, lebar celah pada 0,2 mm, kuat arus lampu katoda 5,0  $\mu$ A, tinggi burner 14 mm.

#### **3.5.8.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb) (Alfian, 2007)**

Larutan standar timbal (Pb) diperoleh dari pengenceran larutan induk tembaga Emerck  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1000 ppm. Kemudian membuat larutan Pb 10 ppm dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku 1000 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Kurva standar logam timbal (Pb) dibuat dengan mengukur larutan standar timbal dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 dan 1,4 mg/L menggunakan AAS. Larutan standar dibuat dengan cara

memindahkan 1; 2; 4; 8; 1,4 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas.

#### **3.5.8.3 Pembuatan Kurva Standar Nikel (Ni) (Modifikasi Skripsi Darmawan, 2017)**

Larutan standar nikel (Ni) dibuat dari larutan standar  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  1000 ppm. Kemudian membuat larutan Ni 10 ppm dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku 1000 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Kurva standar logam nikel (Ni) dibuat mengukur masing-masing larutan standar logam dengan konsentrasi 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 mg/L menggunakan AAS. Larutan standar dibuat dengan cara memindahkan 10; 20; 40; dan 50 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

#### **3.5.8.4 Preparasi Limbah Logam Sebelum Analisis AAS (Modifikasi Skripsi Darmawan, 2017)**

Limbah logam sebanyak 50 mL dimasukkan dalam beaker gelas, kemudian ditambah dengan 10 mL  $\text{HNO}_3$  65% dan didestruksi pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga larutan jernih. Proses pendestruksi dilakukan menggunakan *hot plate*. Kemudian larutan disaring dan dianalisis dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*).

#### **3.5.8.5 Analisis Logam Pb dan Ni dengan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*) (Modifikasi Skripsi Darmawan, 2017)**

Limbah logam didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  65%. Kemudian dilakukan karakterisasi dengan AAS untuk mengetahui kadar Pb dan Ni dalam sampel setelah proses preparasi limbah logam berlangsung. Penentuan kadar dilakukan



dengan memasukkan serapan sampel ke dalam persamaan regresi dari unsur Pb dan Ni.

Tabel 3.1. Ulangan sampel pada uji AAS logam timbal (Pb)

Sampel	Pb		
	1	2	3
Limbah			
Biosorben batang jagung alami			
Biosorben batang jagung teraktivasi .			
Biosorben batang jagung terdelignifikasi.			
Biosorben batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 M.			
Biosorben batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,0 M.			
Biosorben batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M.			

Tabel 3.2. Ulangan sampel pada uji AAS logam nikel (Ni)

Sampel	Ni		
	1	2	3
Limbah			
Biosorben batang jagung alami			
Biosorben batang jagung teraktivasi			
Biosorben batang jagung terdelignifikasi.			
Biosorben batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M.			

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi dan Demineralisasi Batang Jagung menggunakan Asam

Preparasi batang jagung dilakukan dengan proses pengeringan untuk mengurangi kadar air dan memudahkan proses penggilingan. Tahap penggilingan bertujuan memperluas permukaan batang jagung sehingga penyerapan limbah berjalan optimal. Tahap selanjutnya adalah demineralisasi untuk mengurangi mineral yang kurang berperan dalam proses adsorpsi. Demineralisasi menggunakan asam klorida agar batang jagung dan larutan HCl homogen. HCl berfungsi untuk membantu proses pengurangan mineral-mineral yang kurang diperlukan dalam adsorpsi. Perendaman dilakukan untuk mendesorpsi logam-logam yang terikat pada dinding sel-sel batang jagung. Hasil dari demineralisasi sampel batang jagung berupa padatan berwarna kuning lebih pucat dan berat berkurang sampai 19,75 %. Penurunan berat batang jagung diduga beberapa mineral alami berkurang seperti silika, kalium, dan kalsium. Berikut tabel 4.1 penurunan massa batang jagung:

Tabel 4.1. Penurunan berat batang jagung

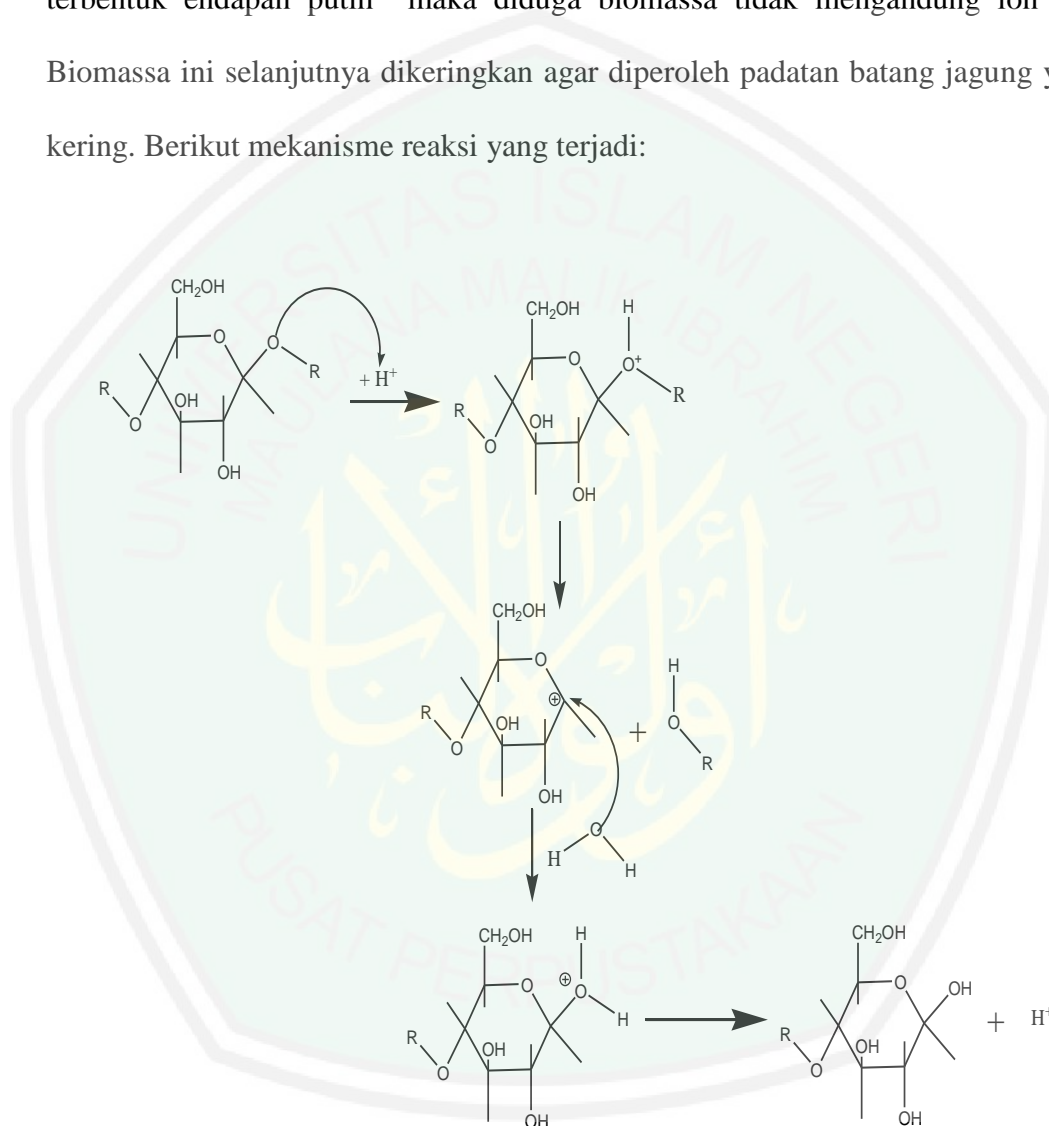
Massa sebelum	Massa sesudah
20 gram	16,056 gram*
20 gram	16,3676 gram**

Keterangan: \* penurunan massa sesudah demineralisasi

\*\* penurunan massa sesudah delignifikasi

Padatan yang diperoleh kemudian disaring untuk memisahkan filtrat. Padatan selanjutnya dicuci dengan aquades agar batang jagung terbebas dari ion

Cl<sup>-</sup> dari perendaman demineralisasi menggunakan HCl. Keberadaan ion Cl<sup>-</sup> dapat dideteksi dengan penambahan AgNO<sub>3</sub> pada air hasil pencucian biomassa yang membentuk endapan putih AgCl. Jika pada aquades hasil pencucian pencuci tidak terbentuk endapan putih maka diduga biomassa tidak mengandung ion Cl<sup>-</sup>. Biomassa ini selanjutnya dikeringkan agar diperoleh padatan batang jagung yang kering. Berikut mekanisme reaksi yang terjadi:



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa oleh asam (Loow, 2016)

Hidrolisis selulosa menggunakan asam kuat HCl karena HCl mudah melepas ion  $H^+$  dan elektronnya cenderung ditarik  $Cl^-$  sehingga atom H mudah diserang nukleofil oleh atom O. Hal ini disebabkan senyawa kurang stabil dan atom O pada -6 selulosa lebih sterik (tidak meruah). Produk yang dihasilkan

menjadi senyawa yang mempunyai atom O bermuatan positif karena ketambahan proton dari  $H^+$ . Senyawa ini selanjutnya menghasilkan gugus alkohol ( $R-O-H$ ) dan selulosa mempunyai karbokation. Karbokation mudah diserang  $H_2O$  yang bersifat nukleofil kemudian membentuk senyawa baru yang memiliki atom O bermuatan positif. Produk senyawa selulosa dan  $H^+$  terbentuk.

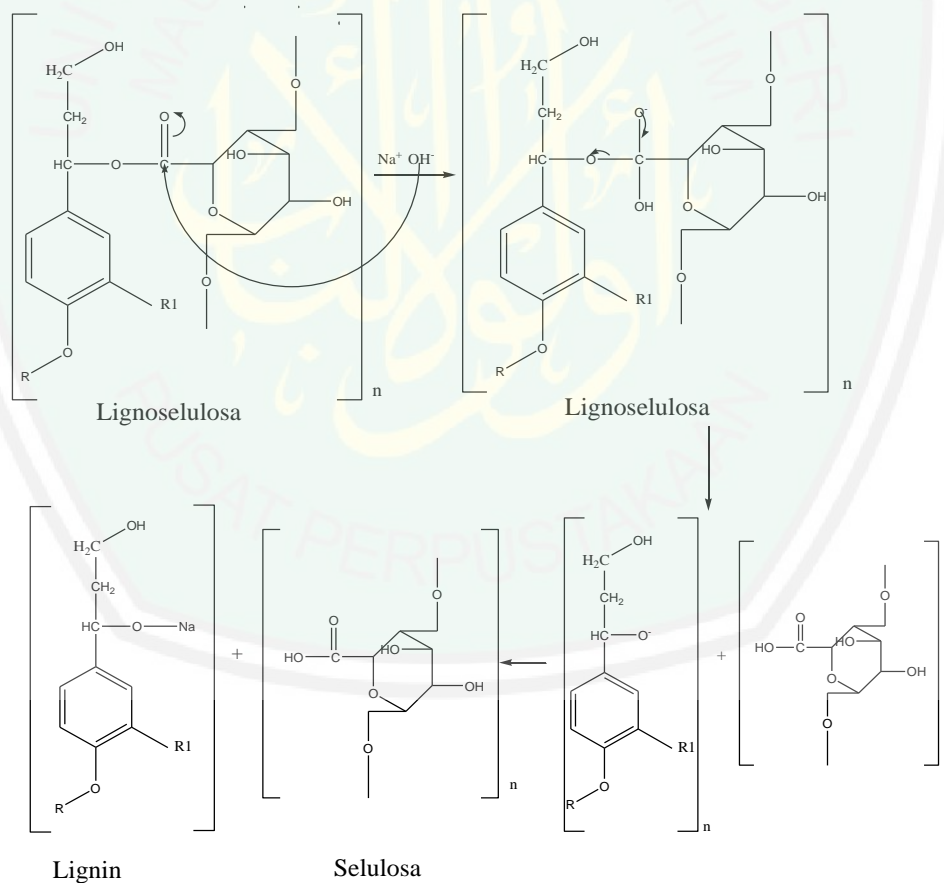
#### 4.2 Delignifikasi

Delignifikasi berfungsi melarutkan senyawa seperti lignin yang dapat menghambat proses adsorpsi. Keberadaan lignin menghalangi proses transfer ion logam ke gugus aktif adsorben (Safrianti, dkk., 2012). Selain itu, delignifikasi mampu meningkatkan luas permukaan batang jagung yang mengandung gugus aktif  $-OH$  dari selulosa (Safaria, 2013).

Proses deliginifikasi dilakukan dengan pengadukan biosorben batang jagung dalam larutan  $NaOH$  yang bertujuan untuk memaksimalkan proses delignifikasi yang terjadi. Setelah itu larutan berisi batang jagung didiamkan untuk memisahkan larutan dari sampel biosorben batang jagung. Sampel hasil deliginifikasi dilakukan pencucian dengan aquades hingga pH sampel netral. Hasil pencucian, diperoleh biomassa batang jagung berwarna coklat diindikasikan sebagian lignin terlarut dalam  $NaOH$ . Selanjutnya proses pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kandungan air yang berada dalam batang jagung agar air yang terkandung dalam batang jagung tidak mempengaruhi konsentrasi asam yang digunakan pada saat proses modifikasi, sehingga diharapkan konsentrasi asam yang tepat pada saat proses perendaman. Hasil proses delignifikasi

menunjukkan pengurangan massa batang jagung yang sangat signifikan yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa terdapat penurunan massa biomassa batang jagung. Penurunan berat batang jagung setelah dilakukan delignifikasi sebesar 18,2% dari berat batang jagung sebelum proses delignifikasi. Hal ini diduga kandungan lignin dalam bentuk lignoselulose ikut terlarut dalam pelarut NaOH pada proses perendaman. Mekanisme reaksi proses delignifikasi dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.2 Mekanisme reaksi delignifikasi (Safrianti, 2012)



NaOH adalah senyawa ionik yang mudah mengion dalam larutan menjadi  $\text{Na}^+$  dan  $\text{OH}^-$ .  $\text{OH}^-$  menyerang atom C karena bermuatan parsial positif dan atom O lebih elektronegatif. Adanya penyerangan tersebut mengakibatkan terjadinya resonansi ikatan rangkap pada  $\text{C}=\text{O}$  sehingga membentuk lignoselulosa dengan atom O negatif. Produk tersebut belum stabil sehingga kestabilan elektron pada atom O yang bermuatan negatif berpindah dan membentuk ikatan rangkap  $\text{C}=\text{O}$  dan menyebabkan terbentuknya dua produk yaitu lignin dan selulosa.

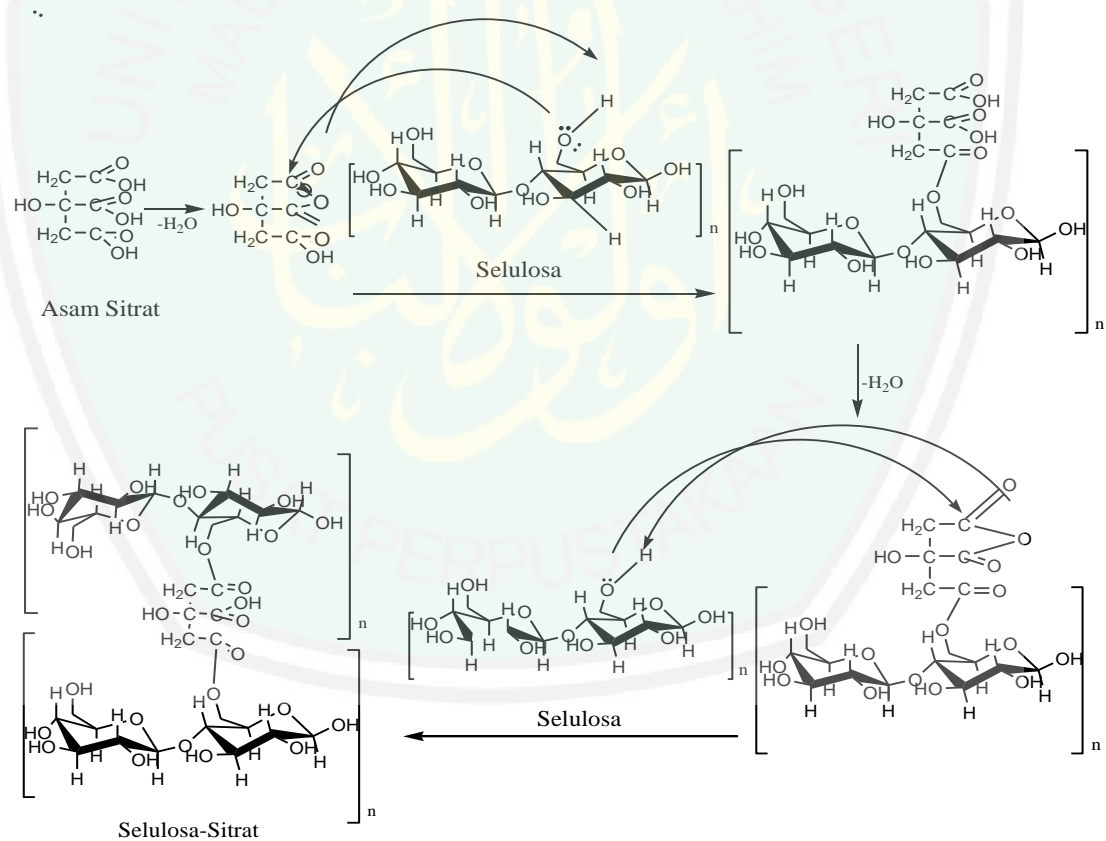
#### **4.3 Modifikasi Batang Jagung menggunakan Asam Sitrat.**

Batang jagung yang sudah didelignifikasi dimodifikasi menggunakan asam sitrat yang bertujuan untuk menambah gugus aktif yang berperan dalam proses adsorpsi logam seperti gugus hidroksil, karboksil, dan lakton. Zheng (2016) melaporkan bahwa gugus hidroksil dalam selulosa menyebabkan batang jagung memiliki kapasitas adsorpsi tertentu. Kapasitas adsorpsi lebih rendah disebabkan oleh gugus hidroksil yang terlibat dalam ikatan hidrogen antar molekul dari selulosa. Sifat adsorpsi dapat ditingkatkan dengan modifikasi kimia untuk menambahkan gugus fungsi aktif.

Modifikasi dengan larutan asam sitrat dimaksudkan menambah gugus karboksilat pada sampel melalui reaksi esterifikasi antara asam sitrat dan selulosa pada sampel. Sedangkan Pemanasan bertujuan untuk memaksimalkan reaksi esterifikasi yang terjadi sehingga konsentrasi gugus aktif karboksilat meningkat. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Ramos (2012) bahwa asam sitrat mengalami dehidrasi pertama karena pemanasan dan diubah menjadi anhidra

reaktif yang bereaksi dengan gugus hidroksil pada selulosa membentuk ester. Variasi konsentrasi asam sitrat yang digunakan adalah 1,5 ; 2; 2,5 M.

Larutan yang berisi biosorben batang jagung didinginkan dan kemudian dipisahkan larutan dengan endapannya. Endapan biosorben batang jagung dikeringkan dalam oven untuk dehidrasi batang jagung sampai berat konstan yang bertujuan mengurangi kandungan air. Selanjutnya batang jagung dicuci beberapa kali dengan aquades hingga pH netral ditentukan dengan menggunakan pH universal. Berikut mekanisme reaksi yang terjadi:



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi esterifikasi selulosa dengan asam sitrat (Thanh, 2009)

Molekul asam sitrat berikatan dengan selulosa dari batang jagung yang terdelignifikasi dalam reaksi esterifikasi. Penambahan asam sitrat menyebabkan reaksi esterifikasi berlangsung. Dimana atom oksigen mengikat C-6 selulosa yang bersifat elektrofil dan membentuk selulosa sitrat. Hal ini disebabkan karena atom oksigen pada atom C-6 selulosa lebih elektronegatif dan tidak meruah sehingga lebih mudah menyerang atom yang bersifat elektrofil. Produk yang dihasilkan adalah asam sitrat menjadi jembatan dari dua polimer selulosa.

#### 4.4 Penentuan Konsentrasi Gugus Fungsi Batang Jagung

Konsentrasi gugus fungsi batang jagung dapat dihitung dengan menggunakan metode titrasi balik asam basa. Prinsip kerja titrasi adalah reaksi netralisasi antara permukaan biomassa yang bersifat asam dengan menggunakan perbedaan larutan basa. Beberapa larutan yang digunakan pada titrasi antara lain NaOH merupakan basa kuat yang sering digunakan dan diasumsikan dapat menetralkan asam *Bronsted-Lowry* (fenol, lakton, dan asam karboksilat). Sedangkan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menetralisasi gugus karboksil dan lakton (cincin lakton) dan  $\text{NaHCO}_3$  menetralkan asam karboksil (Goertzen, dkk, 2010). Selama modifikasi dengan asam sitrat konsentrasi total asam, gugus karboksil, dan gugus hidroksil meningkat, hal tersebut ditunjukkan hasil titrasi pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Konsentrasi gugus aktif batang jagung (*Zea mays* L.)

Variasi Batang Jagung	Total asam	Situs Asam (meq per gr)		
		Hidroksil	Karboksil	Lakton
A	1,35	0,05	0,6	0,7
BA	0,55	0,25	0,2	0,1
BD	0,85	0,25	0,45	0,15
BDM 1,5	2,25	0,2	1,95	0,1
BDM 2	2,6	0,3	1,65	0,65

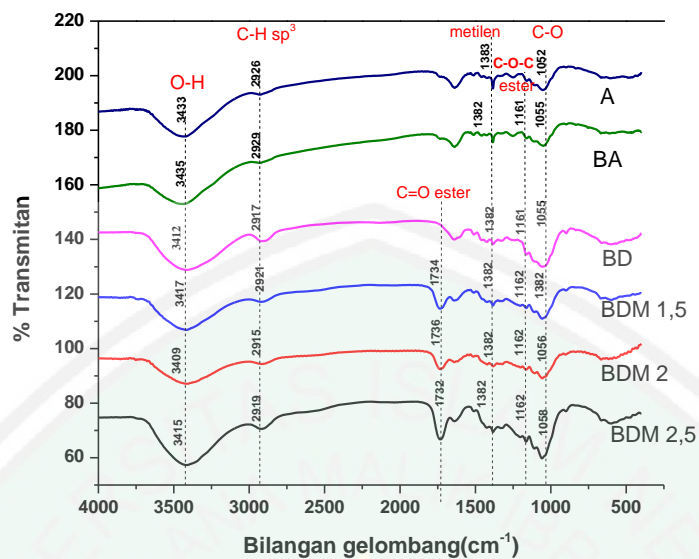
BDM 2,5	3,15	0,7	2,4	0,05
---------	------	-----	-----	------

Keterangan: Batang Jagung Alami (A), Batang Jagung Teraktivasi (BA), Batang Jagung Terdelignifikasi (BD), Batang Jagung Terdelignifikasi dan Termodifikasi Asam Sitrat 1,5 (BDM1,5), Batang Jagung Terdelignifikasi dan Termodifikasi Asam Sitrat 2,0 (BDM2,0), Batang Jagung Terdelignifikasi dan Termodifikasi Asam Sitrat 2,5 (BDM 2,5).

Total situs asam batang jagung meningkat setelah dimodifikasi asam sitrat dari konsentrasi 1,5 M. Molekul-molekul asam sitrat terikat pada batang jagung dalam reaksi esterifikasi dan setiap molekul yang terikat asam sitrat menambahkan situs karboksilat. Selama perlakuan dengan asam sitrat, konsentrasi total asam, karboksil dan situs hidroksil meningkat hingga maksimum. Peningkatan gugus karboksil pada batang jagung termodifikasi asam sitrat terjadi karena pembentukan ester yang menaikkan gugus karboksil.

#### 4.5 Karakterisasi Batang Jagung menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada biosorben batang jagung seluruh variasi. Prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan materi yang menyebabkan terjadinya vibrasi molekul. Spektrum FTIR memberikan data gugus fungsi pada batang jagung seluruh variasi secara kualitatif berdasarkan karakteristik energi yang diserap dalam gugus tertentu.



Gambar 4.4. Spektrum FTIR batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5; 2; 2,5 M (BDM 1,5 M; BDM 2 M; BDM 2,5 M).

Batang jagung alami(A), batang jagung terdemineralisasi (BD) dan batang jagung terdelignifikasi mempunyai persamaan yaitu mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang 3435-3412  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan C-H *stretching* pada bilangan gelombang 2917-2929  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan vibrasi bengkok C-O-C selulosa terlihat pada bilangan gelombang 1162  $\text{cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada 1052- 1056  $\text{cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, aromatis dan eter. Hal ini disebabkan pada batang jagung teraktivasi dan terdelignifikasi yang sebagian besar mengalami pergeseran panjang gelombang sedikit lebih rendah pada setiap gugus fungsi yang muncul. Dimungkinkan ada mineral yang berkurang ketika proses aktivasi dan lignin terlarut pada proses delignifikasi.



Hasil spektra IR pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 ; 2; 2,5 M mempunyai ikatan O-H yang melebar dan menurun tajam pada bilangan gelombang 3417  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan O-H *stretching* asam karboksil pada bilangan gelombang 2920  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan C=O ester 1734  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan uluran C=C aromatis pada bilangan gelombang 1638  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan *bending* asam karboksil 1423  $\text{cm}^{-1}$ , ikatan vibrasi bengkok C-O-H selulosa terlihat pada bilangan gelombang 1202  $\text{cm}^{-1}$  dan 1163  $\text{cm}^{-1}$ , dan ikatan C-O eter pada 1057  $\text{cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang terlihat jelas dari spektra adalah alkohol, ester, aromatis, lakton dan eter.

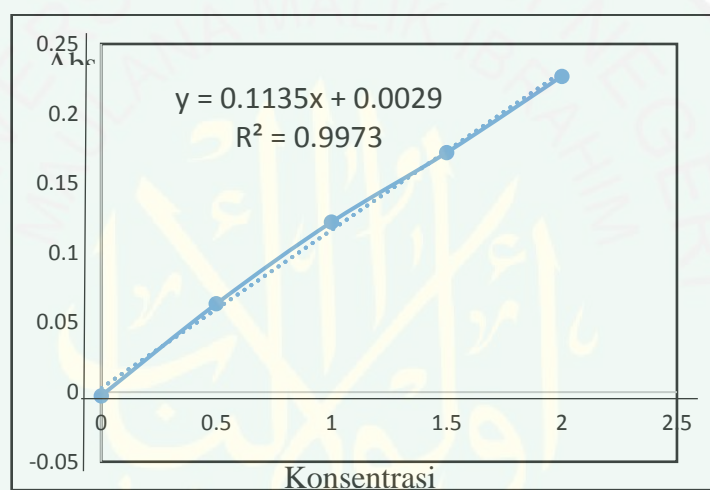
Persamaan pada pita serapan yang dihasilkan pada seluruh variasi batang jagung yaitu muncul serapan ikatan O-H pada daerah bilangan gelombang daerah 3411-3433  $\text{cm}^{-1}$ , serapan ikatan C-H pada daerah bilangan gelombang 2921-2929  $\text{cm}^{-1}$ , serapan gugus  $-\text{CH}_2$  pada daerah bilangan gelombang 1460-1470  $\text{cm}^{-1}$ . Perbedaan spektrum FTIR batang jagung seluruh variasi adalah munculnya C=O ester pada bilangan gelombang 1734  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan penelitian Ramos, dkk. (2012), Mahbubah (2016) dan Wen (2017).

Tabel 4.3. Interpretasi spektra FTIR batang jagung

No.	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis Vibrasi	Intensitas
1	3433	Ikatan -OH	Menurun
2	2926	Ikatan Uluran $-\text{CH sp}^3$	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

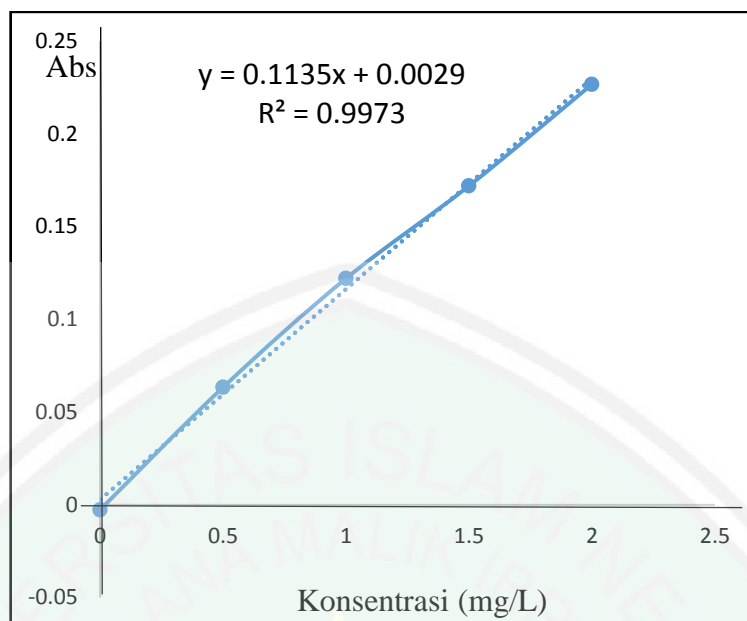
#### 4.6 Pembuatan Kurva Standar Pb dan Ni

Pembuatan kurva standar bertujuan mengetahui hubungan konsentrasi larutan dengan nilai absorbansinya sehingga konsentrasi logam dapat diketahui. Pembuatan kurva standar berdasarkan hukum Lambert-Beer, yaitu  $A = a \cdot b \cdot c$ . Absorbansi (A) adalah absorbansi, nilai a adalah Absorptivitas (gr/L), b adalah tebal nyala (nm) dan c adalah konsentrasi (ppm).



Gambar 4.5 Kurva standar timbal (Pb)

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi logam Pb yang dianalisis maka semakin tinggi pula absorbansinya sesuai kurva garis lurus dari perbandingan antara sumbu x dan y. Regresi linear  $y = bx + a$  dapat diketahui nilai (koefisien korelasi)  $R = 0,9967$  yang bernilai positif. Pembuatan kurva standar dapat dibaca ulang untuk standar pembacaan logam Pb pada limbah yang diadsorpsi dengan biosorben batang jagung sebelum dan sesudah aktivasi.



Gambar 4.6 Kurva standar nikel (Ni)

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi logam Ni maka semakin tinggi pula absorbansinya sesuai kurva garis lurus dari perbandingan antara sumbu x dan y tersebut. Regresi linier  $y = bx + a$  dapat diketahui nilai (koefisien korelasi)  $R = 0,9973$  yang bernilai positif. Kurva standar tersebut dapat dijadikan acuan analisis kadar logam Ni pada limbah yang diadsorpsi menggunakan batang jagung sebelum dan sesudah aktivasi.

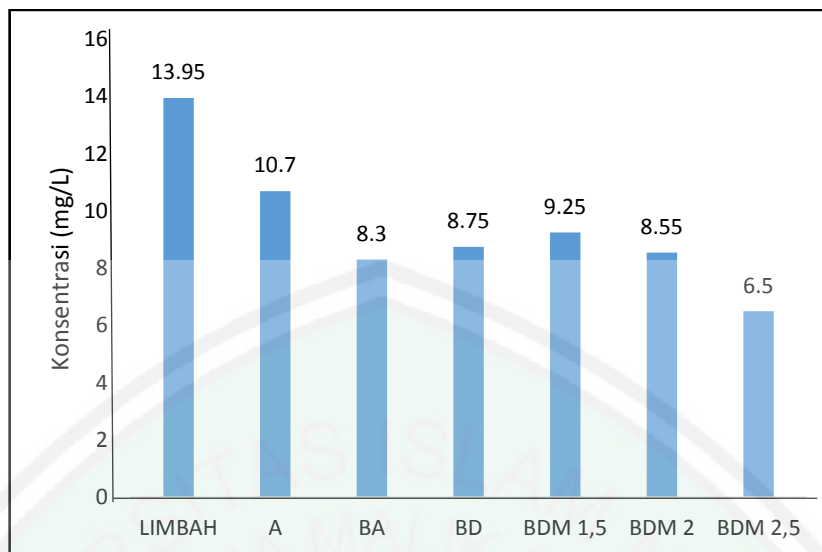
#### 4.7 Adsorpsi Limbah Timbal (Pb) dan Nikel (Ni) menggunakan Batang Jagung

Sumber limbah logam timbal Pb pada laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang berasal dari praktikum biokimia 1 yang berjudul penentuan kadar karbohidrat sebanyak kurang lebih 3 mL. Praktikum kimia dasar untuk jurusan biologi juga menggunakan logam Pb sebanyak kurang lebih 3 mL. Logam Pb yang digunakan dalam praktikum dalam senyawa Pb asetat. Sedangkan logam Ni dihasilkan pada praktikum kimia anorganik 2 yang berjudul penentuan

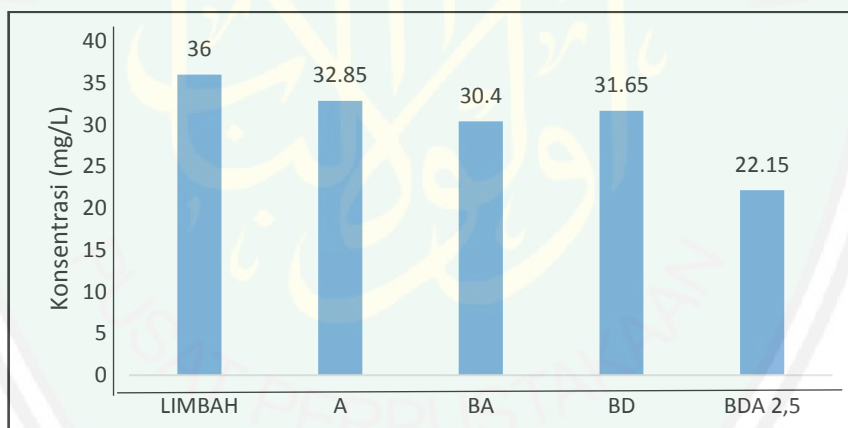
senyawa kompleks dengan metode jobs kurang lebih sebanyak 300 mL. Logam Ni yang digunakan dalam praktikum ini dalam bentuk senyawa  $\text{NiSO}_4$ . Limbah logam Pb dan Ni mempunyai kadar toksisitas tinggi sebelum diolah melalui IPAL sehingga perlu diketahui kadar limbahnya.

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. Sebelum di destruksi sampel diukur pHnya menggunakan pH meter. Hal ini dilakukan karena proses adsorpsi ion logam berat oleh biomassa salah satunya dipengaruhi oleh pH. Limbah laboratorium mempunyai pH sangat asam kurang dari 1.

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa konsentrasi logam timbal (Pb) dalam limbah laoratorium kimia sebesar 13,95 mg/L. Adsorpsi maksimum pada batang jagung yang termodifikasi asam sitrat 2,5 M dengan konsentrasi 6,5 mg/L dan persentase penurunan sebesar 53,41%. Hal ini sesuai dengan nilai gugus fungsi sebesar 3,15 mek/gr. Sedangkan konsentrasi logam timbal yang terserap minimum pada batang jagung alami dengan konsentrasi sebesar 10,7 mg/L dan persentase penurunan sebesar 23,29%. Hal ini sesuai dengan nilai total gugus asam sebesar 1,35 mek/gr. Semakin besar total asam pada gugus fungsi maka penurunan konsentrasi logam juga semakin banyak.



Gambar 4.7 Grafik Konsentrasi logam timbal (Pb) yang yang diadsorp oleh batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5; 2; 2,5 M (BDM 1,5 M; BDM 2 M; BDM 2,5 M).



Gambar 4.8 Grafik penurunan konsentrasi logam nikel yang diadsorp oleh batang jagung alami (A), batang jagung teraktivasi (BA), dan batang jagung terdelignifikasi (BD), batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M (BDM 2,5 M).

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa konsentrasi logam nikel dalam limbah sebesar 36 mg/L. Adsorpsi maksimum pada batang jagung yang termodifikasi asam sitrat 2,5 M dengan konsentrasi 22,15 mg/L dan persentase penurunan sebesar 38,47%. Hal ini sesuai dengan nilai konsentrasi total asam pada gugus fungsi sebesar 3,15 meq/gr yang diperoleh dari total hidroksil 0,7 meq/gr,



karboksil 2,4 mek/gr dan lakton 0,05 mek/gr. Semakin besar total asam pada gugus fungsi maka logam nikel yang diserap lebih banyak. Sedangkan pada batang jagung yang termodifikasi asam sitrat 1,5 M dan 2 M adsorpsi tidak berjalan. Hal ini disebabkan karena limbah yang dianalisa sangat kompleks dan kandungannya yang sangat besar.

Penelitian ini menunjukkan bahwa kedua logam mengalami penurunan konsentrasi meskipun penurunan terbanyak pada logam Pb. Hal ini disebabkan karena kation logam Ni lebih kecil dibanding kation logam Pb. Kompetisi ion logam dalam limbah cair laboratorium juga mempengaruhi kemampuan pengikatan ion logam oleh gugus ester pada biosorben batang jagung. Logam Pb lebih bersifat asam keras daripada logam Ni berdasarkan urutan asam kerasnya. Gugus ester bersifat basa keras sehingga gugus ester lebih suka berikatan dengan logam Pb dibandingkan berikatan dengan logam Ni.

#### **4.8 Integrasi penelitian**

Salah satu tumbuhan yang mempunyai manfaat banyak adalah tanaman jagung baik batang, daun, dan biji jagung semua dapat dimanfaatkan. Hasil samping panen jagung menghasilkan limbah batang jagung yang cukup banyak dan tidak memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Limbah batang jagung yang sangat banyak akan sangat rugi jika dibiarkan atau dibuang begitu saja. Untuk itu kita sebagai manusia diciptakan di atas bumi ini bertanggung jawab dan berhak untuk mengolah sumber daya alam yang ada di bumi dengan cara memanfaatkannya untuk dijadikan sesuatu yang bermanfaat untuk kehidupan.

Pemanfaatan limbah batang jagung kering atau biomassa batang jagung di Indonesia masih begitu kurang. Sehingga penelitian ini memanfaatkan limbah batang jagung untuk dikarakterisasi gugus fungsi berupa gugus karboksil, lakton, dan hidroksil yang ada di dalam batang jagung, yang digunakan sebagai biosorben logam timbal dan nikel dalam limbah cair laboratorium kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Sesuai dengan makna salah satu nash Al-Qur'an surat As-Syu'araa' ayat 151-152:

﴿وَلَا تُطِيعُوا أَمْرَ الْمُسْرِفِينَ (١٥١) الَّذِينَ يُفْسِدُونَ فِي الْأَرْضِ وَلَا يُصْلِحُونَ (١٥٢)﴾

Artinya : *“Dan janganlah kamu mentaati perintah orang-orang yang melewati batas, yang membuat kerusakan di muka bumi dan tidak mengadakan perbaikan (Asy Syu'araa' 26 : 151- 152 ).”*

Allah dengan terang memerintahkan manusia untuk menolak perintah orang-orang yang melampaui batas. Kemudian diterangkan bahwa orang yang melampaui batas adalah orang-orang yang berbuat kerusakan di bumi dan tidak mengadakan perbaikan. Kerusakan di bumi bagaimanapun kecilnya akan membuat ketidakseimbangan yang menyebabkan masalah global. Limbah laboratorium apabila tidak ditangani dengan baik maka dapat menyebabkan kerusakan lingkungan (Sani, 2015). Hal ini sesuai dengan perintah Allah SWT dalam Q.S. Ar-Rahman (55) ayat 8-9 yang berbunyi

﴿أَلَّا تَطْغَوْا فِي الْمِيزَانِ (٨) وَأَقِيمُوا الْوَزْنَ بِالْقِسْطِ وَلَا تُخْسِرُوا الْمِيزَانَ (٩)﴾

Artinya: *“Supaya kamu jangan melampaui batas tentang neraca itu. Dan tegakkanlah timbangan itu dengan adil dan janganlah kamu mengurangi neraca itu (Q.S. Ar-rahman 8-9).”*

إِنَّمَا مَثَلُ الْحَيَاةِ الدُّنْيَا كَمَاءٍ أَنْزَلْنَاهُ مِنَ السَّمَاءِ فَاخْتَلَطَ بِهِ نَبَاتُ الْأَرْضِ مِمَّا يَأْكُلُ النَّاسُ  
وَالْأَنْعَامُ حَتَّىٰ إِذَا أَخَذَتِ الْأَرْضُ زُخْرُفَهَا وَازَّيَّنَتْ وَظَنَّ أَهْلُهَا أَنَّهُمْ قَادِرُونَ عَلَيْهَا أَتَاهَا أَمْرُنَا  
لَيْلًا أَوْ نَهَارًا فَجَعَلْنَاهَا حَصِيدًا كَأَن لَّمْ تَغْنَبِ بِالْأَمْسِ كَذَلِكَ نُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ (٢٤)

Artinya: “*Sesungguhnya perumpamaan kehidupan duniawi itu adalah seperti air (hujan) yang Kami turunkan dari langit, lalu tumbuhlah dengan subur karena air itu tanam-tanaman bumi, di antaranya ada yang dimakan manusia dan binatang ternak. Hingga apabila bumi itu telah sempurna keindahannya, dan memakai (pula) perhiasannya, dan pemilik-pemilikinya mengira bahwa mereka pasti menguasainya, tiba-tiba datanglah kepadanya azab Kami di waktu malam atau siang, lalu Kami jadikan (tanam-tanaman) laksana tanam-tanaman yang sudah disabit, seakan-akan belum pernah tumbuh kemarin. Demikianlah Kami menjelaskan tanda-tanda kekuasaan (Kami) kepada orang-orang yang berpikir.*” (Q.S. Yunus 24).

Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa Allah SWT membuat perumpamaan tentang bunga kehidupan dunia dan perhiasannya serta kefanannya yang cepat dengan tumbuh-tumbuhan yang dikeluarkan oleh Allah dari tanah melalui air hujan yang diturunkan dari langit. Tumbuh-tumbuhan dan buah-buahan yang beraneka ragam macam dan jenisnya itu ada yang dimakan oleh manusia; ada pula yang dimakan oleh binatang ternak, seperti rumput, ilalang, dan lain sebagainya.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

1. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi total asam pada gugus fungsi sebesar 3,15 meq/gr dengan nilai masing-masing gugus karboksil, lakton, dan hidroksil berturut-turut adalah 0,05; 2,4; dan 0,7 meq/gr pada konsentrasi modifikasi asam sitrat 2,5 M.
2. Hasil analisa spektra IR setelah proses delignifikasi tidak menunjukkan adanya gugus lignin. Setelah proses modifikasi menggunakan asam sitrat menunjukkan adanya gugus baru C=O ester ( $1733\text{ cm}^{-1}$  –  $1736\text{ cm}^{-1}$ ), sehingga dapat diketahui bahwa telah terjadi reaksi esterifikasi pada saat batang jagung berinteraksi dengan asam sitrat.
3. Konsentrasi logam Pb terbaik pada limbah laboratorium menggunakan batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M sebesar 6,5 meq/gr dengan persentase penurunan mencapai 53,41%. Konsentrasi penurunan logam Ni terbaik pada limbah laboratorium menggunakan batang jagung termodifikasi asam sitrat 2,5 M sebesar 22,15 meq/gr dengan persentase penurunan mencapai 38,47%.

#### **5.2 Saran**

1. Penelitian ini menggunakan modifikasi NaOH menunjukkan bahwa penurunan persentase adsorpsi logam kurang maksimum. Sebaiknya untuk penelitian selanjutnya tidak perlu memodifikasi batang jagung menggunakan NaOH.

2. Sebaiknya limbah yang digunakan dalam proses adsorpsi adalah limbah buatan sebelum diaplikasikan pada limbah laboratorium untuk mengetahui kapasitas adsorpsi.





## DAFTAR PUSTAKA

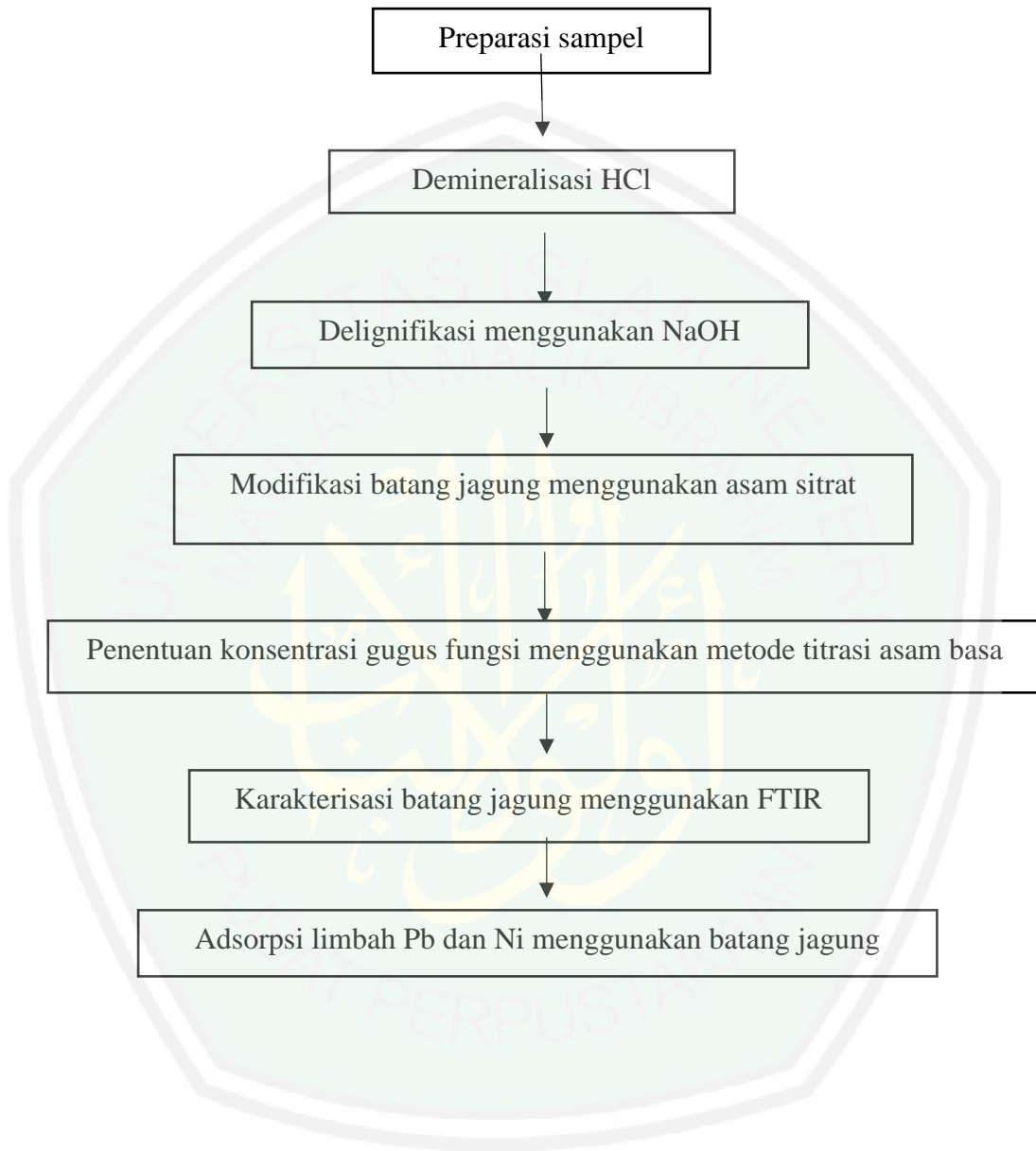
- Abul Fida. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algesindo.
- Al-Mahalli Jalaluddin dan Jalaluddin Al-Sayuti. 2003. *Tafsir Jalalain*. Bandung: Algesindo.
- Amiruddin, Hafrianti. 2016. Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Tongkol Jagung (*Zea mays*) dengan HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor [Skripsi]. Makassar: Universitas Hasanuddin.
- Ashraf, MA., Maah, MJ., Yusoff, I. 2010. Study of Banana peel (*Musa sapientum*) as a Cationic Biosorben. *Journal Agriculture and Environmental Science*. Volume 8(1): 7-17.
- Badan Pusat Statistik (BPS) Indonesia. 2013. *Luas Panen Jagung Menurut Provinsi, 2009-2013*.
- Badan Pusat Statistik (BPS) Indonesia. 2013. *Produksi Jagung Menurut Provinsi, 2009-2013*
- Boehm, H. P. 1994. Some Aspects of The Surface Chemistry of Carbon Blacks and Other Carbons. *Carbon Journal*. Vol. 32: 759 – 769.
- Dalman, O., Demirak, A., dan Balci, A. 2006. Determination of Heavy Metals (Cd, Pb) and Trace Elements (Cu, Zn) in Sediments and Fish Southeastern Aegen Sea (Turkey) by Atomic Absorption spectrometry. *Food Chemistry*. Vol. 95: 157-162.
- Erna, W dan Sarjiman. 2007. Budidaya Hijauan Pakan Bersama Tanaman Pangan Sebagai Upaya Penyediaan Hijauan Pakan di Lahan Sempit. *Jurnal Peternakan dan Lingkungan*. Vol 7: 134-141
- Fengel, D. dan Wegener, G. 1985. *Kayu: Kimia Ultrastruktur, Reaksi-reaksi*. Terjemahan oleh Hardjono S. 1985. Yogyakarta: UGM Press.
- Gaol, L.D.L 2001. Studi Awal Pemanfaatan Beberapa Jenis Karbon Aktif Sebagai Adsorben. Depok: FT-UI.
- Goertzen, Sarah L., dkk. 2010. Standardization of the Boehm titration. Part I. CO<sub>2</sub> expulsion and endpoint determination. *Carbon* 48. 1252-1261.
- Hayati, E.K. 2007. *Dasar-dasar Analisis Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.
- Hendaya, Sumar. 2001. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: PT. Agung Pratama

- King, P., Rakesh, N., Beenalahari, S., Kumar, Y. P., dan Prasad, V. S. R.K, 2006. Removal of lead from aqueous solution using *Syzygium cumini* L.:Equilibrium and kinetic studies. *Journal Environmental Pollution Control Engineering Andhra University*.340-347.
- Lv, G.J., Wu, S.B., & Lou, R. 2010. Characteristics of corn stalk hemicellulose pyrolysis in a tubular reactor. *Bio Resources journal*. Vol.5 No. 4, halaman 2051-2062.
- Mahbubah, Arini. 2016. Karakterisasi Gugus Aktif Batang Jagung (*Zea mays* L.) Menggunakan Asam Sitrat sebagai Bahan Pengaktivasi. *Skripsi*. Malang: Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Mandasari, Istifiarti dan Purnomo, Alfian. 2016. Penurunan Ion Besi (Fe) dan Mangan(Mn) dalam Air dengan Serbuk Gergaji Kayu Kamper. *Jurnal Teknik ITS*. Volume 5, No.1: 11-16.
- Nurmasari, Radna. 2008. Kajian Adsorpsi Krom(III) pada Biomassa Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia Universitas Lambung Mangkurat*. Vol. 2, Hal 80-92
- Rahmayani, F dan Siswarni. 2013. *Pemanfaatan Limbah Batang Jagung Sebagai Adsorben Alternatif Pada Pengurangan Kadar Klorin Dalam Air Olahan (TreatedWater)*. Jurnal Teknik Kimia USU. Vol. 2, No. 2 (2013).
- 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.
- Safrianti, I, Wahyuni dan Titin. 2012. *Adsorpsi Timbal (II) oleh Selulosa Limbah Jerami Padi Termodifikasi Asam Nitrat: Pengaruh pH Dan Waktu Kontak*. JKK.volume 1 (1), halaman 1-7.
- Sani, Ridwan Abdullah. 2015. *Sains Berbasis Al-Qur'an*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Infra Merah*. Yogyakarta: Liberty.
- Sembiring, M.T, dan Tuti, S. S. 2003. *Arang Aktif Pengenalan dan Proses Pembuatannya*. Sumatera: Universitas Sumatera Utara.
- Sethu, V.S., Goey, K. S., Iffah, F. R., Khoo, M., dan Andresen, J. M., 2010. Adsorption Characteristics Of Cu (II) Ions in Aqueous Solutions Using *Mangifera indica* (Mango) Leaf Biosorbent. *Jurnal Of Environmental Research And Development*. 5( 2). 264-275.
- Siswantini, dkk. 2014. Penyisihan Timbal Menggunakan Adsorben Serbuk Daun Mangga (*Mangifera indica*). *Jurnal Ilmiah*. Volume 1, No. 2 :63-74.

- Sopiah, Nida; Hanifah, Ummu dan Nurhasani. 2015. Pengaruh Penambahan Asam Pada Jerami Padi Dalam Meningkatkan Kapasitas Sorpsi *Oil Sorbent*. *Ecolab Journal*. Volume 9, No.2: 72-79
- Sugiharto, E. 1992. *Atomic Absorption Spectrometry*. Yogyakarta: UGM
- Suhendra, D dan Gunawan, E. 2010. *Pembuatan Arang Aktif Dari Batang Jagung Menggunakan Aktivator Asam Sulfat Dan Penggunaannya Pada Penjerapan Ion Tembaga (II)*. Makara, Sains. Vol. 14, no. 1, april 2010: 22 – 26.
- Suprianto, dkk. 2009. Analisis Logam Berat Pb dan Cd dalam Sampel Ikan dan Kerang Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Rekayasa Lingkungan*. Vol. 7 (1): 5-8.
- Syabanu, A. dan Cahyaratri, F. 2009. *Pemanfaatan Asam Sitrat Sebagai Adsorben Dalam Upaya Peningkatan Kualitas Minyak Goreng Bekas Melalui Proses Adsorpsi*.
- Vaughan, T, C.W. Seo, W.E. Marshall. 2001. Removal of selected metal ions from aqueous solution using modified corncobs. *Bioresour Technol*. 78 (2001) 133 – 139.
- Wen, Xue, et al., 2017. A Biomass Cationic Adsorbent Prepared From Corn Stalk: LowCost Material and High Adsorption Capacity. *J. Polym Environ*, 24 June 2017
- Wing, R. E., 1996. *Corn fiber citrate: preparation and ion-exchange properties*. *Ind. Crops Prod*. 5 (1996) 301–305.
- Widhiati, Gede I. A. 2008. Adsorpsi Anion Cr(VI) oleh Batu Pasir Teraktivasi Asam dan Tersalut Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Jurnal Kimia*. Vol. 2, Hal. 25-30
- Yunita, Tatik; Purwonugroho, Dinar dan Khunur, M.M. 2013. Adsorpsi Tembaga(II) Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla* Diesterifikasi dengan Asam Sitrat. *Kimia Student Journal*. Volume 2, No.1: 435-441.
- Zheng, Y., Pan, Z., dan Zhang, R., 2009. Overview of biomass pretreatment for cellulosic ethanol production. *Journal Agriculture And Biology Eng*. 2(3), hal. 51-68

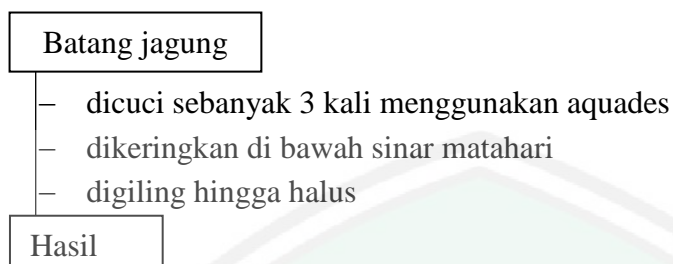
## LAMPIRAN

### LAMPIRAN 1. RANCANGAN PENELITIAN

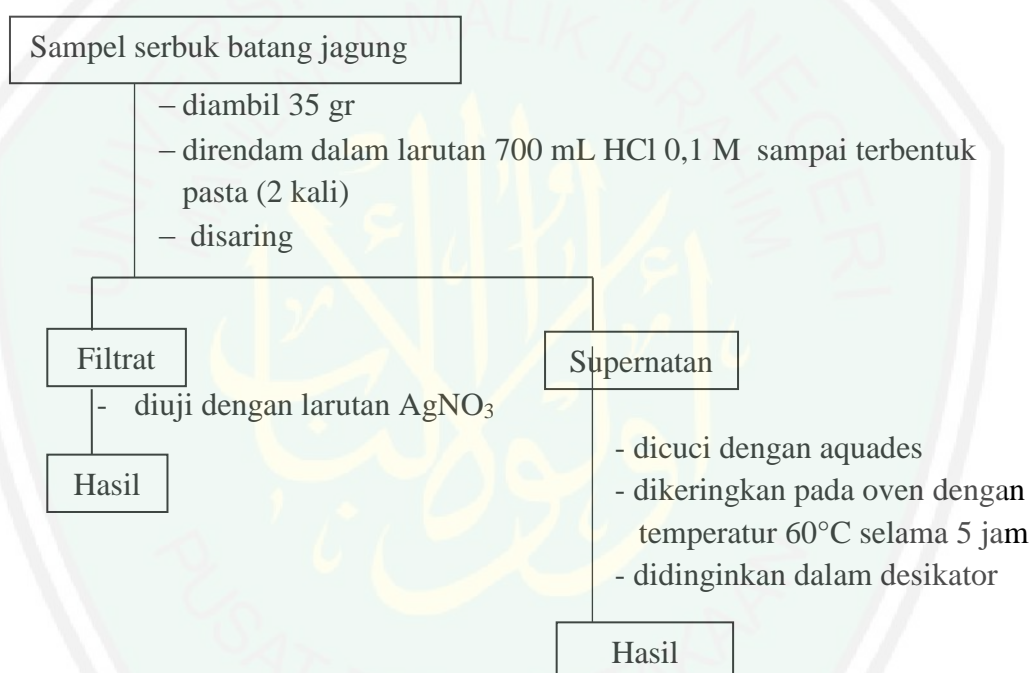


## LAMPIRAN 2. DIAGRAM ALIR

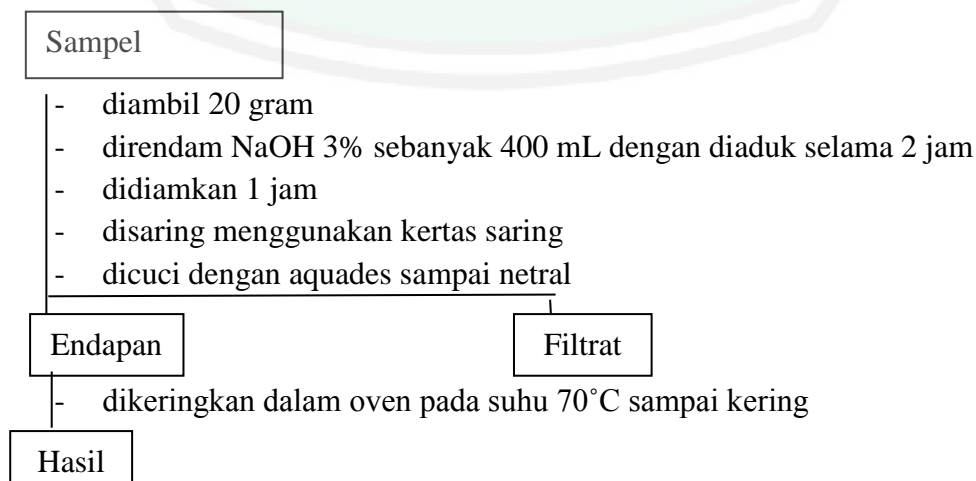
### 1. Preparasi Biosorben Batang jagung



### 2. Demineralisasi Menggunakan HCl 0,1 M



### 3. Delignifikasi batang jagung





#### 4. Aktivasi batang jagung

Serbuk batang jagung

- diambil 40 gr
- dicampur ke dalam 300 mL larutan asam sitrat 1,5; 2 dan 2,5 M
- 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 aktivasi beberapa kali dengan aquades hingga pH netral
- dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam

Hasil

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

##### a. Analisis Gugus Asam

0,375 g variasi batang jagung

- dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi masing-masing 50 mL NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, dan NaOH 0,05 N
- didiamkan selama 24 jam
- disaring

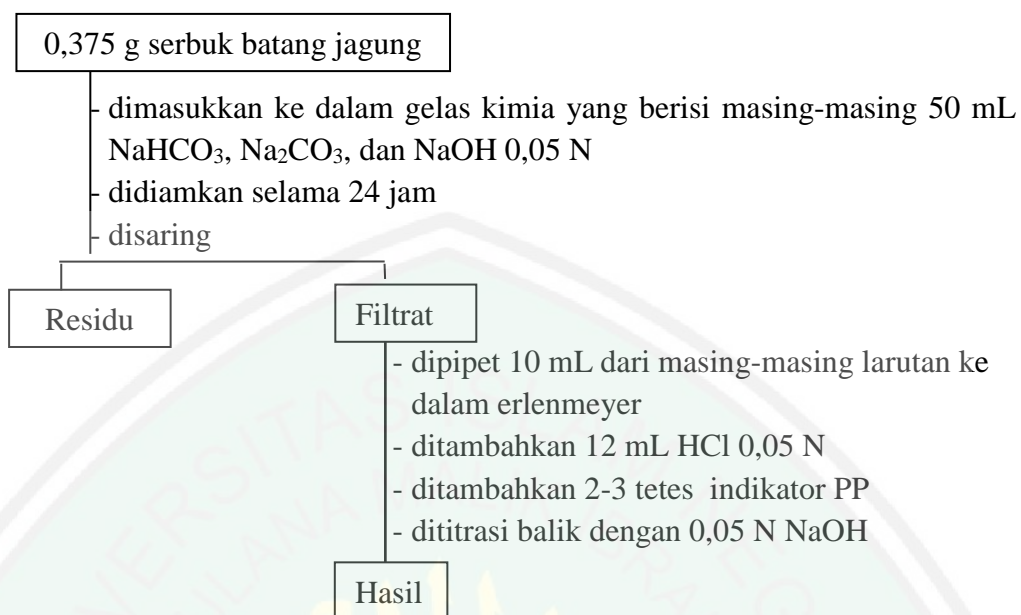
Residu

Filtrat

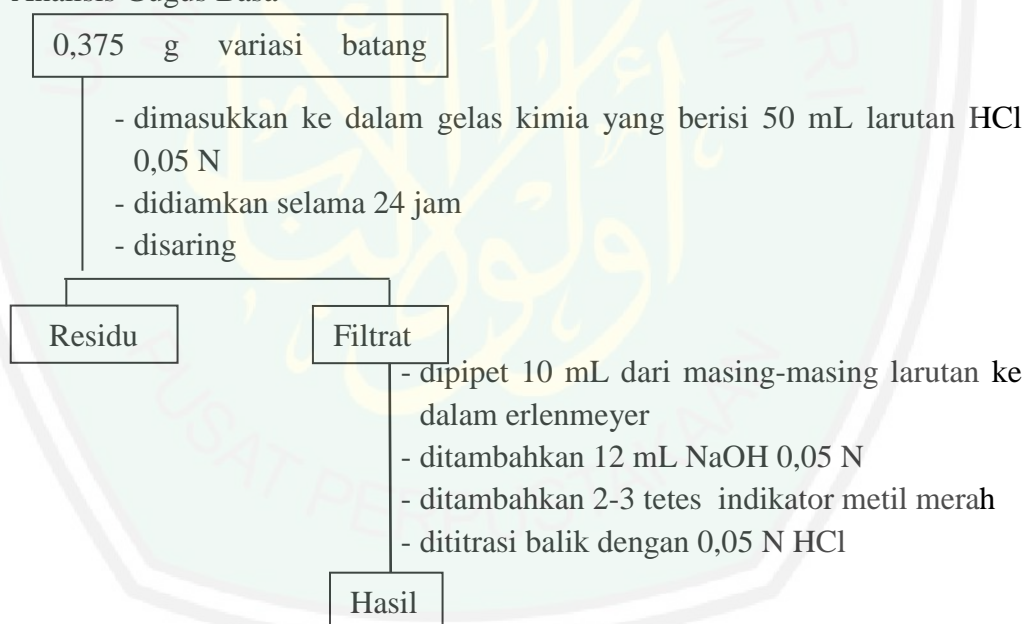
- dipipet 10 mL dari masing-masing larutan ke dalam erlenmeyer
- ditambahkan 12 mL HCl 0,05 N
- ditambahkan 2-3 tetes indikator PP
- dititrasi balik dengan 0,05 N NaOH

Hasil

## b. Penentuan Blanko



## c. Analisis Gugus Basa



Catatan : Masing-masing perlakuan dilakukan 3 kali dan hasilnya adalah nilai rata-rata

## 6. Analisis Batang Jagung Menggunakan FTIR

Sampel Batang jagung

- diambil 1-10 mg
- dihaluskan
- dicampur dengan 100 mg KBr
- dicetak menjadi cakram tipis (pelet)
- dianalisis

Hasil

## 7. Persiapan Sampel Limbah Logam Laboratorium

Limbah logam

- diambil 500 mL
- dimasukkan dalam beaker gelas
- diaduk hingga homogen
- ditutup dengan alumunium foil
- didestruksi dengan 10 mL  $\text{HNO}_3$  65%
- dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga larutan bersisa 25 mL
- dianalisis dengan AAS

Hasil

## 8. Adsorpsi logam Pb menggunakan batang jagung teraktivasi

Limbah logam cair yang telah dipreparasi

- diambil 100 mL
- diinteraksikan dengan 500 mg adsorben batang jagung teraktivasi asam sitrat (1,5; 2 dan 2,5 M)
- dishaker dengan kecepatan 250 rpm selama 30 menit
- disaring

Filtrat

Residu

- didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  65%
- dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga larutan jernih
- diukur kadar logam dengan AAS

Hasil

## 9. Penentuan Kadar Logam Pb dan Ni Menggunakan AAS

### 9.1 Kondisi Operasional Analisis Logam Pb Menggunakan AAS

#### AAS

- digunakan AAS varian spektra AA 6200
- diatur panjang gelombang 283,3 nm
- diatur laju alir asetilen pada 2,0 L/menit
- diatur laju udara pada 10,0 L/menit
- diatur lebar celah pada 0,5 mm
- diatur kuat arus lampu katoda 5,0  $\mu$ A
- diatur tinggi burner 2,0 mm
- dianalisis larutan Pb

Hasil

### 9.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

#### Larutan baku Pb 1000 ppm

- diambil 1 mL (untuk dibuat larutan Pb 10 ppm)
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan sampai tanda batas
- dibuat larutan standar Pb 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,8 ppm dengan dipindahkan 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,4 mL larutan baku 10 ppm ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan sampai tanda batas

Hasil

### 9.3 Pembuatan Kurva Standar Nikel (Ni)

#### Larutan baku Ni 1000 ppm

- diambil 1 mL (untuk dibuat larutan Pb 10 ppm)
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan sampai tanda batas
- dibuat larutan standar logam dengan konsentrasi 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 mg/L dengan memindahkan 10; 20; 40; dan 50 mL larutan 10 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL,
- diencerkan sampai tanda batas

Hasil

#### 9.4 Preparasi Limbah Logam dan Analisis Menggunakan AAS

Limah logam yang sudah dipreparasi

- diambil 50 mL
- dimasukkan dalam beaker gelas
- ditambah 10 mL  $\text{HNO}_3$  65%
- didestruksi menggunakan *hotplate* pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga larutan jernih
- disaring
- dianalisis dengan AAS
- ditentukan kadar Pb dan Ni dengan cara dimasukkan serapan sampel ke dalam persamaan regresi dari unsur Pb dan Ni

Hasil





### LAMPIRAN 3. PERHITUNGAN

#### 1. Larutan Asam Sitrat 1,5 M; 2 M; 2,5 M

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

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

Mr asam sitrat = 192 gr/mol

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

- 1,5 M asam sitrat dalam 100 mL

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

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

$$V_1 = 17,436 \text{ mL}$$

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

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{17,436 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 17,436$$

$$m = 28,944 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 28,944 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

- 2 M dalam 100 mL

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

$$8,603 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 23,248 \text{ mL}$$

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

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{23,248 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 23,248$$

$$m = 38,592 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 38,592 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

- 2,5 M dalam 100 mL

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

$$8,603 \text{ M} \times V_1 = 2,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 29,06 \text{ mL}$$

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

$$1,66 \text{ gr/mL} = \frac{m}{29,06 \text{ mL}}$$

$$m = 1,66 \text{ gr} \times 29,06$$

$$m = 48,24 \text{ gr}$$

Asam sitrat sebanyak 48,24 gr dilarutkan menggunakan aquades, dimasukkan ke dalam 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 1 gr 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 2,1 gr 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 Timbal (Pb)

- 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 0,1 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,1 ppm dibuat dengan cara dipipet 0,5 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 0,2 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,2 ppm dibuat dengan cara dipipet 1,0 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 0,4 mg/L

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

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

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

$$V_1 = 2,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 2,0 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 0,8 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,8 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 4,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,8 ppm dibuat dengan cara dipipet 4,0 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 1,4 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 7,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 1,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 7,0 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.

## 6. Pembuatan Kurva Standar Nikel (Ni)

- 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 0,5 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 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 1 ppm dibuat dengan cara dipipet 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.

- d) Pembuatan larutan standar 1,5 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,5 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 7,5 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 1,5 ppm dibuat dengan cara dipipet 7,5 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.

- e) Pembuatan larutan standar 2 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 2 ppm dibuat dengan cara dipipet 10 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 :  $\rho$  HNO<sub>3</sub> 65% = 1,41 gr/cm<sup>3</sup> = 1.390 gr/L

Mr HNO<sub>3</sub> = 63,01 gr/mol

mol HNO<sub>3</sub> = M x V (L)

= 0,5 mol/L x 0,1 L = 0,05 mol

Massa HNO<sub>3</sub> = n x Mr

= 0,005 mol x 63,1 gr/mol

= 3,15 gr

Volume HNO<sub>3</sub> =  $\frac{\text{massa}}{\% \times \rho}$

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

Cara membuat:

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

## 8. 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
BA	12,7	12,5	12,8	12,7
BD	11	10,9	11,2	11,1
BL	11,8	11,7	11,5	11,7
BDA 1,5	14,5	14,4	14,5	14,5
BDA 2	14,9	15,2	15,4	15,2
BDA 2,5	16,2	16,4	16,3	16,3

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
BA	11,3	11,4	11,1	11,2
BD	10,2	10,4	10,6	10,4
BL	10,8	10,9	11	10,9
BDA 1,5	14,1	13,8	13,7	13,9
BDA 2	13,1	13,3	13,4	13,3
BDA 2,5	15	14,8	14,7	14,8



Tabel 3. Data Titrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 

Variasi batang jagung	Volume titrasi I (mL)	Volume titrasi II (mL)	Volume titrasi III (mL)	Rata-rata
BA	22,4	22,8	22,6	22,6
BD	20,6	20,8	20,4	20,6
BL	21	21,2	21,4	21,2
BDA 1,5	24,1	23,9	24,2	24,1
BDA 2	24,4	24,4	25	24,6
BDA 2,5	24,8	24,7	25,3	24,9

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

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 11,2 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 0,6 \text{ meq/gr}$$

b) Batang jagung terdemineralisasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 10,4 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 0,2 \text{ mek/gr.}$$

c) Batang jagung terdelignifikasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 10,9 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 0,45 \text{ mek/gr.}$$

d) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 1,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 13,9 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 1,95 \text{ mek/gr}$$

e) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 13,3 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 1,65 \text{ mek/gr.}$$

- f) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 14,8 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 2,4 mek/gr.

2. Mek gugus karboksil+ mek gugus lakton

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

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

- a) Batang jagung alami

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 22,6 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 1,3 mek/gr.

mek gugus lakton= 1,3 mek/gr – 0,6 mek/gr = 0,7 mek/gr.

- b) Batang jagung terdemineralisasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 20,6 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 0,3 mek/gr.

mek gugus lakton= 0,3 mek/gr – 0,2 mek/gr = 0,1 mek/gr.

- c) Batang jagung terdelignifikasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 21,2 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 0,6 mek/gr.

mek gugus lakton= 0,6 mek/gr – 0,45 mek/gr = 0,15 mek/gr.

- d) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 1,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 24,1 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 2,05 mek/gr.

mek gugus lakton= 2,05 mek/gr – 1,95 mek/gr = 0,1 mek/gr.

- e) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 24,6 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

= 2,3 mek/gr.

mek gugus lakton= 2,3 mek/gr – 1,65 mek/gr = 0,65 mek/gr.

- f) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 30 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 24,9 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,45 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus lakton} = 2,45 \text{ mek/gr} - 2,4 \text{ mek/gr} = 0,05 \text{ mek/gr.}$$

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

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 12,7 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}} \dots\dots(x)$$

$$= 1,35 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 1,35 \text{ mek/gr} - 0,6 \text{ mek/gr} - 0,7 \text{ mek/gr} = 0,05 \text{ mek/gr.}$$

- b) Batang jagung terdemineralisasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 11,1 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 0,55 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 0,55 \text{ mek/gr} - 0,2 \text{ mek/gr} - 0,1 \text{ mek/gr} = 0,25 \text{ mek/gr.}$$

- c) Batang jagung terdelignifikasi

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 11,7 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 0,85 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 0,85 \text{ mek/gr} - 0,45 \text{ mek/gr} - 0,15 \text{ mek/gr} = 0,25 \text{ mek/gr.}$$

- d) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 1,5 M

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

$$= 2,25 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 2,25 \text{ mek/gr} - 1,95 \text{ mek/gr} - 0,1 \text{ mek/gr} = 0,2 \text{ mek/gr}$$

- e) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 15,2 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 2,6 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 2,6 \text{ mek/gr} - 1,65 \text{ mek/gr} - 0,65 \text{ mek/gr} = 0,3 \text{ mek/gr.}$$

f) Batang jagung teraktivasi asam sitrat 2,5 M

$$n_{\text{csf}} = \frac{[10 \text{ mL} \times 0,05 \text{ N} - (0,05 \text{ N} \times 20 \text{ mL} - 0,05 \text{ N} \times 16,3 \text{ mL})] \frac{37,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}}{0,375 \text{ gr}}$$

$$= 3,15 \text{ mek/gr.}$$

$$\text{mek gugus hidroksil} = 3,15 \text{ mek/gr} - 2,4 \text{ mek/gr} - 0,05 \text{ mek/gr} = 0,7 \text{ mek/gr.}$$

## 9. Perhitungan Penentuan Konsentrasi Pb dan Ni

### a. Konsentrasi yang terbaca AAS

Adsorben	Pb			Ni		
	I	II	III	I	II	III
<b>Limbah</b>	0,279	0,154	0,155	0,629	0,720	0,639
<b>BA</b>	0,214	0,188	0,201	0,659	0,657	0,816
<b>BD</b>	0,166	0,230	0,239	1,050	0,608	1,212
<b>BL</b>	0,175	0,184	0,173	0,874	0,766	0,633
<b>AKT 1,5 M</b>	0,185	0,184	0,175	-	-	-
<b>AKT 2 M</b>	0,171	0,170	0,172	-	-	-
<b>AKT 2,5 M</b>	0,131	0,135	0,124	0,443	1,016	0,904

### b. Real concentration

*Real concentration = concentration read by AAS x FP*

FP = Dilution factor (50 kali)

#### ➤ Konsentrasi Ni

##### **Limbah**

$$\begin{aligned} \text{Ni (ppm)} &= 0,720 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 36 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

##### **Batang Jagung Alami (BA)**

$$\begin{aligned} \text{Ni (ppm)} &= 0,657 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 32,85 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

##### **Demineralisasi (BD)**

$$\begin{aligned} \text{Ni I (ppm)} &= 0,608 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 30,4 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

##### **Delignifikasi (BL)**

$$\begin{aligned} \text{Ni (ppm)} &= 0,633 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 31,65 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

##### **Batang jagung Aktivasi 2,5 M (AKT 2,5 M)**

$$\begin{aligned}\text{Ni (ppm)} &= 0,443 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 22,15 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

➤ **Konsentrasi Pb**

**Limbah**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,279 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 13,95 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

**Batang Jagung Alami (BA)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,214 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 10,7 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

**Demineralisasi (BD)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,166 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 8,3 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

**Delignifikasi (BL)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,175 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 8,75 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

**Batang jagung Aktivasi 1,5 M (AKT 1,5 M)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,185 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 9,25 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

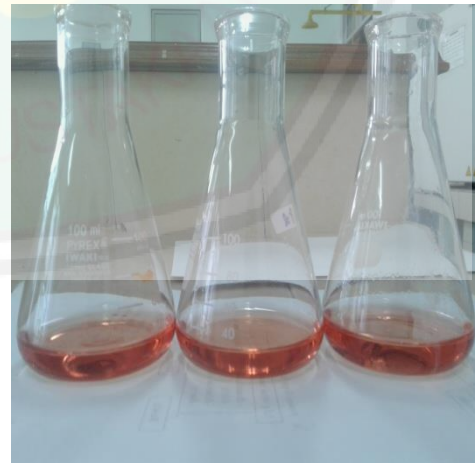
**Batang jagung Aktivasi 2 M (AKT 2 M)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,171 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 8,55 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

**Batang jagung Aktivasi 2,5 M (AKT 2,5 M)**

$$\begin{aligned}\text{Pb (ppm)} &= 0,13 \text{ mg/L} \times 50 \\ &= 6,5 \text{ mg/L}\end{aligned}$$



**LAMPIRAN 4. DOKUMENTASI HASIL PENELITIAN****Preparasi sampel****Demineralisasi****Aktivasi****Titration Gugus Asam****Titration Gugus Basa**